



TUGAS AKHIR - SF 141501

**SIFAT TERMOMEKANIK KOMPOSIT PEG4000/SiO₂
AMORF MENGGUNAKAN *DYNAMIC MECHANICAL
ANALYZER (DMA)* DENGAN VARIASI FREKUENSI**

Allif Rosyidy Hilmi
NRP 1112 100 047

Dosen Pembimbing
Prof. Suminar Pratapa, Ph.D.

Jurusan Fisika
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Institut Teknologi Sepuluh Nopember
Surabaya 2016



FINAL PROJECT - SF 141501

**THERMOMECHANICAL PROPERTIES OF
PEG4000/AMORPHOUS SiO_2 COMPOSITES
USING DYNAMIC MECHANICAL ANALYZER (DMA)
WITH FREQUENCY VARIATION**

Allif Rosyidy Hilmi
NRP 1112 100 047

Advisor
Prof. Suminar Pratapa, Ph.D.

Department of Physics
Faculty of Mathematics and Natural Sciences
Institute of Technology Sepuluh Nopember
Surabaya 2016

**SIFAT TERMOMEKANIK KOMPOSIT
PEG4000/SiO₂ AMORF MENGGUNAKAN *DYNAMIC
MECHANICAL ANALYZER (DMA)* DENGAN
VARIASI FREKUENSI**

TUGAS AKHIR

Diajukan untuk Memenuhi Salah Satu Syarat
Memperoleh Gelar Sarjana Sains
pada
Bidang Fisika Material
Program Studi S-1 Jurusan Fisika
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Institut Teknologi Sepuluh Nopember

Oleh:

ALLIF ROSYIDY HILMI
NRP 1112100047

Disetujui oleh Pembimbing Tugas Akhir

Prof. Suminar Pratapa, Ph.D.

NIP. 19660224 1990021 001



(Signature)

Surabaya, Juni 2016

**SIFAT TERMOMEKANIK KOMPOSIT
PEG4000/SiO₂ AMORF MENGGUNAKAN *DYNAMIC
MECHANICAL ANALYZER*(DMA) DENGAN
VARIASI FREKUENSI**

Nama : Allif Rosyidy Hilmi
NRP : 1112100047
Jurusan : Fisika FMIPA-ITS
Pembimbing : Prof. Suminar Pratapa, Ph.D.

Abstrak

Pengukuran modulus simpan, modulus hilang, faktor redaman, temperatur transisi gelas (T_g) dan energi aktivasi dari komposit PEG4000/SiO₂ amorf dilakukan dengan menggunakan mode geser (shear-mode) dari instrumen dynamic mechanical analyzer (DMA) dengan menerapkan variasi frekuensi. Komposisi pengisi (filler) dalam komposit adalah 0, 20, 40, 60 dan 80%wt SiO₂ amorf. Silika yang digunakan berasal dari pasir silika Tanah Laut, Pelaihari, Kalimantan Selatan. Pembentukan komposit dilakukan dengan metode likuid untuk meningkatkan homogenitas sebaran partikel pengisi. Karakterisasi menggunakan FT-IR dan XRD mengkonfirmasi terbentuknya komposit. Pengamatan SEM/EDX dan analisis profil piksel menunjukkan homogenitas partikel pengisi dalam komposit. Hasil pengukuran DMA menunjukkan temperatur transisi gelas (T_g), energi aktivasi degradasi, energi aktivasi transisi gerak molekul polimer dan modulus simpan dari komposit meningkat dengan meningkatnya komposisi silika amorf.

Kata kunci: *Dynamic mechanical analyzer (DMA), energi aktivasi, homogenitas sebaran partikel, komposit PEG4000/SiO₂ amorf, modulus simpan*

THERMOMECHANICAL PROPERTIES OF PEG4000/AMORPHOUS SiO₂ COMPOSITES USING DYNAMIC MECHANICAL ANALYZER (DMA) WITH FREQUENCY VARIATION

Name : Allif Rosyidy Hilmi
Student Identity Number : 1112100047
Mayor : Fisika FMIPA-ITS
Advisor : Prof. Suminar Pratapa, Ph.D.

Abstract

Measurement of the storage modulus, loss modulus, $\tan \delta$, glass transition temperature (T_g) and activation energy of PEG4000/amorphous SiO₂ composites have been performed using a shear-mode dynamic mechanical analyzer (DMA) with applied frequency variation. The filler content of the composite was 0, 20, 40, 60 dan 80% amorphous SiO₂ by weight. The amorphous SiO₂ was derived from silica sand of Tanah Laut, Pelaihari, South Kalimantan. Composite of PEG4000 and amorphous silica powder has been prepared by the liquid methode to increase homogeneity of filler particle distribution. Characterization using FT-IR and XRD confirmed that it formed the composites. SEM/EDX observation and PixelProfil analysis showed homogeneity of filler particles in composite. DMA measurements showed that the glass transition temperature (T_g), activation energy for degradation, activation energy for polymer movement transition and storage modulus of the composites increased with increasing the amorphous silica content.

Key words: *Activation energy, dynamic mechanical analyzer (DMA), homogeneity of filler particle distribution, PEG4000/amorphous SiO₂ composites, storage modulus*

DAFTAR ISI

Halaman Judul	i
Cover Page	ii
Lembar Pengesahan	iii
Abstrak	iv
Abstract	v
Kata Pengantar	vi
Daftar Isi	viii
Daftar Gambar	viii
Daftar Tabel	xii
Daftar lampiran	xiii

BAB I PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	3
1.3 Tujuan	3
1.4 Batasan Masalah	3
1.5 Manfaat	4
1.6 Sistematika Penulisan	4

BAB II TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Polietilen Glikol (PEG)	5
2.2 Silika	6
2.3 Komposit	8
2.4 <i>Dynamic Mechanical Analyzer</i> (DMA)	9

BAB III METODE PENELITIAN

3.1 Sintesis SiO ₂ amorf	13
3.2 Sintesis Komposit PEG4000/SiO ₂ Amorf dengan Metode Likuid	14
3.3 Pengujian dengan DMA Variasi Frekuensi	15
3.4 Diagram Alir Penelitian	15

BAB IV ANALISIS DATA DAN PEMBAHASAN

4.1 Preparasi Silika Amorf dan Komposit PEG4000/SA	19
4.1.1 Bahan Dasar	19

4.1.2	Hasil Sintesis Silika Amorf.....	19
4.1.3	Analisis Data Difraktometer PEG4000/SiO ₂ Amorf.....	21
4.1.4	Analisis Data Spektroskopi FTIR PEG4000/SiO ₂ Amorf.....	23
4.1.5	Analisis Data SEM/EDX Komposit PEG4000/SiO ₂ Amorf.....	23
4.2	Hasil Pengujian Instrumen DMA (<i>Dynamic Mechanical Analyzer</i>)	28
4.2.1	Modulus Simpan (G') Komposit PEG4000/SiO ₂ Amorf.....	28
4.2.2	Modulus Hilang (G'').....	33
4.2.3	Faktor Redaman ($Tan \delta$)	36
4.3	Energi Aktivasi Komposit PEG4000/SiO ₂	37
4.3.1	Energi Aktivasi Degradasi	38
4.3.2	Energi Aktivasi Transisi Gerak Molekul Polimer.....	41
4.4	Mikrostruktur dari Komposit PEG4000/SiO ₂ Amorf	44

BAB V KESIMPULAN

5.1	Kesimpulan	12
5.2	Saran.....	12

Daftar Istilah	49
-----------------------------	----

Daftar Pustaka	51
-----------------------------	----

Lampiran	55
-----------------------	----

Biodata Penulis	63
------------------------------	----

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1	Bentuk kristal utama silika	8
Tabel 4.1	Nilai modulus simpan absolut komposit PEG4000/ SiO ₂ amorf (25°C)	29
Tabel 4.2	Temperatur transisi gelas (T_g) komposit PEG4000/SiO ₂ amorf pada frekuensi 1 Hz	33
Tabel 4.3	Temperatur transisi gelas (T_g) komposit SA-20 pada pada variasi frekuensi 1 Hz, 10Hz, 50Hz, 100 Hz, 150 Hz dan 200 Hz	39
Tabel 4.4	Energi aktivasi degradasi dari SA-20, SA-40, SA-60 dan SA-80	40
Tabel 4.5	Energi aktivasi transisi gerak molekul polimer berdasarkan T_β dari SA-20, SA-40, SA-60 dan SA- 80	43

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	Struktur kristal kuarts (SME, 1998)	7
Gambar 2.2	Hubungan antara G' , G'' , dan $\tan \delta$ (Menard, 2008)	10
Gambar 2.3	Hubungan antara G' , G'' , dan $\tan \delta$ terhadap temperatur dalam DMA (Saba dkk., 2016b). ...	11
Gambar 3.1	Diagram alir penelitian secara umum.....	16
Gambar 3.2	Diagram alir sintesis serbuk silika amorf	16
Gambar 3.3	Diagram alir penelitian.....	17
Gambar 4.1	Pola difraksi sinar-X (radiasi $Cu-K\alpha$) dari serbuk silika (Fauziyah, 2015).	19
Gambar 4.2	Pola distribusi ukuran partikel serbuk silika dengan menggunakan instrumen <i>Particle Size Analyzer</i> (PSA).	20
Gambar 4.3	Citra SEM pada serbuk silika amorf.	20
Gambar 4.4	Pola difraksi sinar X dari SA-0, SA-20, SA-40, SA-60, SA-80, dan SA-100.	21
Gambar 4.5	Grafik kristanilitas SA-0, SA-20, SA-40, SA-60 dan SA-80.	22
Gambar 4.6	Spektrum FTIR dari SA-0, SA-100, SA-20, SA-40, SA-60 dan SA-80.	23
Gambar 4.7	Citra SEM/EDX dan kurva intensitas <i>Pixelprofile</i> pada (a) SA-20 solid, (b) SA-20 likuid.	25
Gambar 4.8	Citra SEM/EDX dan kurva intensitas <i>Pixelprofile</i> pada (a) SA-40 solid, (b) SA-40 likuid.	26
Gambar 4.9	Citra SEM/EDX dan kurva intensitas <i>Pixelprofile</i> pada (a) SA-60 solid, (b) SA-60 likuid.	26
Gambar 4.10	Citra SEM/EDX dan kurva intensitas <i>Pixelprofile</i> pada (a) SA-80 solid, (b) SA-80 likuid.	27

Gambar 4.11	Nilai modulus simpan SA-0, SA-20, SA-40, SA-60 dan SA-80 pada frekuensi 1Hz.....	29
Gambar 4.12	Penentuan T_g dari grafik modulus simpan.....	32
Gambar 4.13	Modulus hilang SA-0, SA-20, SA-40, SA-60 dan SA-80 pada frekuensi 1 Hz.	34
Gambar 4.14	Faktor redaman ($\tan \delta$) SA-0, SA-20, SA-40, SA-60 dan SA-80 pada frekuensi 1Hz.....	36
Gambar 4.15	Modulus simpan PEG, SA-20 pada frekuensi 1Hz, 10Hz, 50Hz, 100 Hz, 150 Hz dan 200 Hz.	39
Gambar 4.17	Energi aktivasi T_g (E_a) dari SA-20, SA-40, SA-60 dan SA-80.....	40
Gambar 4.18	Modulus hilang dari SA-20	42
Gambar 4.19	Energi aktivasi T_β pada SA-20, SA-40, SA-60 dan SA-80.....	43
Gambar 4.20	Morfologi SA-20 saat (a) sebelum uji DMA, (b) setelah uji DMA	44
Gambar 4.21	Morfologi SA-40 saat (a) sebelum uji DMA, (b) setelah uji DMA	44
Gambar 4.22	Morfologi SA-60 saat (a) sebelum uji DMA, (b) setelah DMA	45
Gambar 4.23	Morfologi SA-80 saat (a) sebelum uji DMA, (b) setelah uji DMA	45

DAFTAR LAMPIRAN

LAMPIRAN A Modulus Simpan (G')	55
LAMPIRAN B Temperatur Transisi Gelas (T_g)	57
LAMPIRAN C Temperatur Transisi Gerak Molekul Polimer ..	61

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Termomekanik merupakan studi yang mempelajari mengenai efek panas pada sifat mekanik material. Sifat panas material penting untuk dipelajari termasuk jika material tersebut bekerja dalam kondisi panas. Sifat termomekanik dapat dimanfaatkan baik pada material logam, keramik maupun polimer. Misalnya pada material logam, dengan mengetahui sifat termomekanik besi cor dengan kandungan Cr yang tinggi, dapat diketahui ketahanan terhadap aus yang meningkat pada suhu 950°C dan menurun pada suhu 1050°C dan 1150°C (Gao dkk., 2015). Dalam keramik, sifat termomekanik dapat dimanfaatkan untuk mencegah struktur keramik (silikon karbida) agar tidak rusak pada saat teradiasi sinar matahari dan diberi udara panas bertekanan (Capeillère dkk., 2014). Sedangkan pada polimer, sifat termomekanik dapat dimanfaatkan untuk mengidentifikasi transisi termal dan mekanik serta mengetahui daya tahan komposit polipropilen(PP)/Polietilen(PE)/PP yang dipakai sebagai pembatas elektrolit pada baterai ion litium (Love, 2011). Pada penelitian ini, sifat termomekanik akan dieksplor dari polimer polietilen glikol (PEG).

Polimer merupakan bahan yang sangat menjanjikan dan berpotensi untuk diaplikasikan di masa depan karena sifat-sifatnya yang menarik (densitas rendah, kekuatan, sifat viskoelastis dan fleksibilitas tertentu yang tinggi serta dalam kasus tertentu menunjukkan kelembaman terhadap reaksi kimia) (Padeste dan Neuhaus, 2015). Di antara sifat polimer yang menarik tersebut adalah sifat viskoelastis. Viskoelastis merupakan perpaduan sifat alir zat dan kekakuan benda tergantung pada temperaturnya. Sedangkan PEG sendiri merupakan polimer yang umum digunakan dalam kehidupan sehari-hari karena memiliki tingkat toksin yang rendah, merupakan material *biocompatible*, dan sering digunakan sebagai

aplikasi biomedis, khususnya di bidang *research* tentang obat yang memanfaatkan sifat hidrofilisitasnya, digunakan juga sebagai material *phase change material* (PCM) dalam solar sel (Colacino dkk., 2012; Sharma dkk., 2016).

Selain itu, PEG dapat dimanfaatkan sebagai komposit dengan memadukannya dengan material lain untuk meningkatkan sifatnya, seperti di antaranya dibuat nanokomposit elektrolit baterai litium dari polietilen dan POSS-PEG (polietilen/POSS-PEG) yang dapat meningkatkan nilai modulus dan konduktifitas ion (Polu dan Rhee, 2015). Pernah dibuat juga komposit dengan memadukan PEG dengan diatomite (PEG/diatomite) yang berguna sebagai material penyimpan energi termal pada sistem solar sel (Karaman dkk., 2011). Selain itu terdapat polietilen glikol (PEG) poliuretana sebagai *fiber phase change material* digunakan sebagai material penyimpan panas (Meng dan Hu, 2008).

Material yang cukup menarik untuk dipadukan dengan PEG adalah silika. Silika dan PEG (PEG/SiO₂) mulai dikenal sebagai material yang sedang diteliti sebagai biomaterial. Secara khusus, beberapa penelitian menunjukkan keramik silika merupakan bahan *bioactive* dan *biocompatible* (Saba dkk., 2016a).

Pada penelitian sebelumnya, silika sudah pernah dipadukan dengan PEG (PEG/SiO₂) di antaranya Catauro dkk., (2016) mensintesis PEG/SiO₂ yang dimanfaatkan di bidang medis untuk membangun jaringan tulang. Selain itu, Apriliyana (2015) juga meneliti sifat termomekanik dengan menggunakan *dynamic mechanical analyzer* (DMA) pada komposit PEG4000/SiO₂ amorf. Dari penelitian tersebut diketahui bahwa dengan penambahan silika amorf (20%wt) pada komposit PEG4000/SiO₂ amorf dapat membuat modulus simpan (*storage modulus*) komposit meningkat, modulus hilang (*loss modulus*) tinggi, dan meningkatkan temperatur transisi gelas. Namun pada kandungan pengisi 80%wt, modulus simpan turun yang dapat disebabkan ketidakhomogenan pengisi. Aprilyana (2015) menggunakan metode *solid state* sehingga homogenitas pengisi dalam matriks

cenderung rendah. Karena homogenitas pengisi adalah faktor yang penting untuk meningkatkan performa mekanik sebuah komposit, penelitian ini juga meliputi pengembangan sintesis komposit PEG/SiO₂ untuk maksud itu.

Dari pengujian SEM-EDX pada penelitian tersebut menunjukkan adanya aglomerasi silika amorf pada komposit. Sehingga untuk mengurangi aglomerasi dan untuk meningkatkan kehomogenan komposit PEG4000/SiO₂ amorf, pada penelitian ini sintesis komposit PEG4000/SiO₂ amorf akan dikembangkan dengan metode likuid. Pada penelitian ini, energi aktivasi juga dipelajari dengan menerapkan variasi frekuensi pada instrumen *dynamic mechanical analyzer* (DMA).

1.2 Rumusan Masalah

Permasalahan yang diangkat dalam penelitian ini adalah

1. Bagaimana meningkatkan kehomogenan komposit PEG/SiO₂ amorf dengan menggunakan metode likuid?
2. Bagaimana sifat termomekanik komposit PEG/SiO₂ amorf dengan menggunakan *Dynamic Mechanical Analyzer* (DMA) pada variasi frekuensi.

1.3 Tujuan

Adapun tujuan dalam penelitian ini adalah

1. Untuk meningkatkan homogenitas sebaran pengisi pada komposit PEG/SiO₂ amorf dengan menggunakan metode likuid.
2. Mengetahui energi aktivasi degradasi (E_a T_g) dan energi aktivasi transisi gerak molekul polimer (E_a T_β) komposit PEG/SiO₂ amorf dengan menggunakan *Dynamic Mechanical Analyzer* (DMA).

1.4 Batasan Masalah

Batasan masalah dalam penelitian ini diantaranya

1. Silika amorf yang digunakan berasal dari ekstraksi pasir Tanah Laut, Kalimantan Selatan.

2. Mode instrumen *Dynamical Mechanical Analyzer* (DMA) menggunakan mode geser.

1.5 Manfaat

Manfaat dari penelitian ini adalah Memberi gambaran tentang pemanfaatan sumber daya alam Indonesia serta memberi pemahaman banyak sifat termomekanik yang dapat didapat dari menggunakan instrumen *Dynamical Mechanical Analyzer* (DMA)

1.6 Sistematika Penulisan

Penulisan Tugas Akhir (TA) ini terdiri dari abstrak yang berisi gambaran umum dari penelitian. Bab I pendahuluan yang memuat latar belakang, perumusan masalah, tujuan penelitian, manfaat penelitian, dan sistematika penulisan. Bab II tinjauan pustaka berisi tentang dasar-dasar teori yang digunakan sebagai acuan dari penelitian, Bab III metodologi penelitian, Bab IV hasil penelitian dan pembahasannya, dan Bab V kesimpulan dan saran

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Polietilen Glikol (PEG)

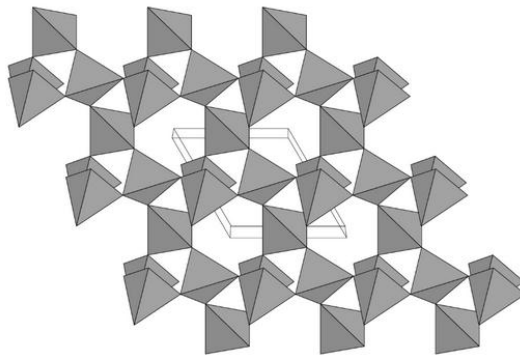
Poli(etilena glikol)s (PEG) terlihat sebagai molekul yang sederhana. PEG mempunyai struktur rantai linier atau bercabang, polieteter netral, mempunyai macam-macam variasi sesuai berat molekul, dapat larut dalam air dan banyak pelarut organik (Harris, 1992). Polimer ini sering dijumpai karena memiliki tingkat toksin yang rendah, PEG dapat diterima di pasar makanan juga untuk aplikasi biomedis, khususnya di bidang *research* tentang obat karena hidrofilisitasnya, sedikit berinteraksi dengan darah dan biokompatibilitas tinggi. PEG juga digunakan sebagai pendukung pelarutan polimer dalam sintesis organik, dan sebagai pelarut ramah lingkungan, mampu menggantikan pelarut organik yang mudah menguap atau terhalogenasi. PEG tidak mudah terbakar atau tidak mudah korosif. PEG tersedia secara komersial dengan biaya yang rendah. PEG adalah polimer amphiphilic, dengan kelarutan yang tinggi dalam air dan dalam banyak pelarut organik termasuk toluena, diklorometana, alkohol, dan aseton. PEG larut dalam pelarut yang kurang polar seperti heksana, sikloheksana atau dietil eter, dan dalam scCO_2 . PEG mampu melarutkan padatan organik umum, logam fosfin kompleks dan mampu menyajikan beberapa karakteristik yang menarik, termasuk tinggi polaritas, titik didih tinggi dan upgrade dengan CO_2 . Selain itu, PEG stabil dalam kondisi asam atau basa, oksidatif atau reduktif dan pada suhu tinggi (hingga 150°C - 250°C). Namun, struktur polieteter adalah sasaran yang mudah bagi degradasi oksidatif termal dengan adanya atmosfer oksigen pada suhu tinggi (lebih dari 70°C), untuk membentuk PEG peroksida yang mengarah ke proses pemotongan rantai acak (Colacino dkk., 2012).

Polietilen glikol berwarna putih, dapat berbentuk cair atau berupa serpihan putih krem, PEG juga dikenal sebagai polioksietilen (POE) atau polietilen oksida (PEO) yang tersusun

dari rantai dimetil eter, $\text{HO-CH}_2\text{-(CH}_2\text{-O-CH}_2\text{)-}_n\text{-CH}_2\text{-OH}$. Memiliki gugus hidroksil dan larut dalam air serta dalam senyawa organik lainnya. PEG memperlihatkan fusi panas laten yang relatif sangat tinggi sehingga dengan sifatnya yang demikian PEG menjadi material yang sangat menjanjikan untuk penyimpanan energi matahari dalam temperatur rendah atau temperatur sedang (Sharma dkk., 2016).

2.2 Silika

Silika merupakan nama ilmiah dari grup mineral yang tersusun dari silikon dan oksigen. Silika adalah senyawa kimia. Senyawa kimia (SiO_2) terbentuk dari silikon (Si) dan atom oksigen (O). Senyawa kimia didefinisikan sebagai substansi yang jelas dan murni terbentuk oleh gabungan dua elemen atau lebih. Karena oksigen merupakan elemen yang paling melimpah di kulit bumi dan silikon merupakan elemen yang paling melimpah nomor dua, pembentukan silika benar-benar sangat alami. Pasir silika, hanya disebutkan sebagai substansi yang digunakan untuk memperoleh silikon, terbuat dari kuarsa, di mana pasir silika paling umum membentuk silika di alam. Ketika kuarsa dipelajari pada skala atomik dengan menggunakan analisis sinar-X maka dapat disimpulkan strukturnya adalah kristal. Empat atom oksigen saling terhubung dalam bentuk tiga dimensi yang disebut tetrahedron. Di tengah struktur ini adalah satu atom silikon. Oleh karena itu, struktur ini disebut silikon-oksigen (SiO_4) tetrahedron. Tetrahedron artinya “empat permukaan” dan menunjukkan bentuk struktur SiO_4 . Untuk bentuk kristal kuarsa, banyak sekali tetrahedra tiga dimensi untuk bergabung bersama-sama pada sudut atom oksigen seperti pada gambar berikut



Gambar 2.1 Struktur kristal kuarts (SME, 1998)

Ekosistem pesisir pantai, menyimpan berbagai potensi sumber daya alam yang bisa dimanfaatkan dan diolah, seperti pasir pantainya sendiri. Pasir pantai memiliki keanekaragaman yang bergantung dari letak, kondisi dan material terbentuknya. Kondisi fisik yang dapat dibedakan dari pasir pantai adalah dengan warna pasir tersebut, misalnya pasir dengan warna hitam pekat memiliki kandungan material berupa besi oksida, sedangkan pasir dengan warna putih memiliki kecenderungan material berupa kuarsa. Pasir kuarsa memiliki kecenderungan berwarna putih bening atau warna lain bergantung pada senyawa pengotornya. Kandungan yang dominan adalah silika (SiO_2) dan sisanya merupakan pengotor seperti CaO , Fe_2O_3 , TiO_2 , K_2O (Widianto, n.d.).

Silika merupakan keramik temperatur tinggi yang banyak digunakan dalam industri baja dan gelas. Bata silika dibuat dengan membakar kuarsa yang tingkat kemurniannya rendah pada temperatur 1450°C , dan dengan demikian mengkonversi sedikitnya 98,5% bagiannya menjadi campuran tridimit dan kristobalit yang bentuknya lebih “terbuka” dan kurang padat. Berikut kristal utama silika

Tabel 2.1 Bentuk kristal utama silika

<i>Bentuk</i>	<i>Rentang stabilitas ($^{\circ}C$)</i>	<i>Modifikasi</i>	<i>Kerapatan ($Kg\ m^{-3}$)</i>
Kristobalit	1470-1723	β -(kubik)	2210
		α -(tetragonal)	2330
Tridimit	870-1470	γ	-
		β -(heksagonal)	2300
		α -(ortorombik)	2270
Kuarsa	<870	β -(heksagonal)	2600
		α -(trigonal)	2650

(Smallman and Bishop, 2000)

Istilah konversi di sini ekuivalen dengan istilah konversi untuk transformasi yang karakternya dapat disusun ulang, melibatkan pemutusan dan penggabungan kembali ikatan interatomik. Perubahan zat padat ini umumnya lambat dan akibatnya sruktur kristal seringkali tertahan dalam kondisi metastabil pada temperatur di luar rentang stabilnya. Transformasi dari satu modifikasi ke modifikasi lain hanya mencakup perpindahan ikatan dan reorientasi arah ikatan yang disebut inversi (Smallman dan Bishop, n.d.).

2.3 Komposit

Komposit adalah material yang dibentuk dengan melakukan perpaduan dari dua atau lebih bahan dengan jenis yang berbeda secara non kimiawi. Sifat komposit merupakan perpaduan dari sifat-sifat bahan penyusunnya. Biasanya sifat bahan yang dipadukan ke bahan induk difungsikan untuk memperbaiki sifat lemah yang dimiliki bahan induk sehingga sifat bahan komposit yang terbentuk sesuai dengan sifat bahan yang dibutuhkan (Mashuri, 2002).

Istilah “komposit” seringkali juga mencakup material di mana fasa kedua mempunyai bentuk partikel atau lamina. Pada kasus seperti ini, struktur komposit menjanjikan keuntungan

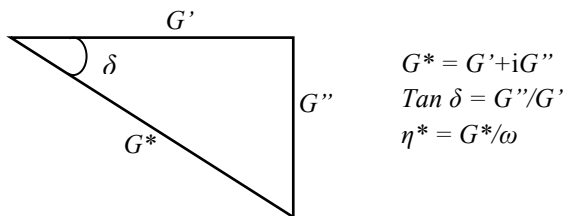
husus, selain kekuatan, juga memiliki nilai ekonomi dan ketahanan-korosi (contoh: bahan pengisi dalam plastik, lembaran baja berlapis-plastik). Sejarah perkembangan teknologi komposit mencatat berbagai temuan yang bersifat inovatif, bahkan ide yang menakjubkan. Pembahasan ini terutama tertuju pada penguatan matriks polimetrik, metalik, dan keramik, dengan serat dan kristal whisker. Akhirnya pada skala yang lebih halus, kita mempertimbangkan penerapan prinsip komposit terhadap konstituen mikrostruktur (yaitu nanokomposit). Di sini digunakan model mekanik yang relatif sederhana tetapi cukup memadai untuk memperkenalkan kaidah dasar untuk desain dan menjelaskan perilaku komposit.

Secara ideal, matriks seharusnya mampu: (1) menginfiltrasi serat dan cepat membeku pada temperatur dan tekanan yang wajar, (2) membentuk suatu ikatan kohern, umumnya dalam bentuk ikatan kimia di semua antarmuka matriks/serat, (3) menyelubungi serat yang biasanya sangat peka-takik, dan melindungi serat terhadap lingkungan (serangan zat kimia, kelembaban)), (4) mentransfer tegangan kerja ke serat, (5) memisahkan serat sehingga kegagalan serat-individu dibatasi dan tidak merugikan integritas komponen secara keseluruhan, (6) melepas ikatan (*debond*) dari serat individu, dengan cara absorpsi energi regangan, apabila kebetulan terjadi perambatan retak dalam matriks yang mengenai serat, dan (7) tetap stabil secara fisik dan kimia setelah proses manufaktur (Smallman dan Bishop, n.d.).

2.4 *Dynamic Mechanical Analyzer (DMA)*

Dynamic Mechanical Analyzer merupakan alat yang sangat diperlukan dan efektif untuk menentukan morfologi dan sifat viskoelastis dari polimer kristal dan bahan komposit yang berhubungan dengan relaksasi primer dan parameter lainnya, seperti densitas krosling, fragil, viskositas kompleks, modulus simpan/modulus hilang, *creep*, *stress-relaxation modulus*, dan variasi non-Arrhenius untuk hubungan waktu dan temperatur.

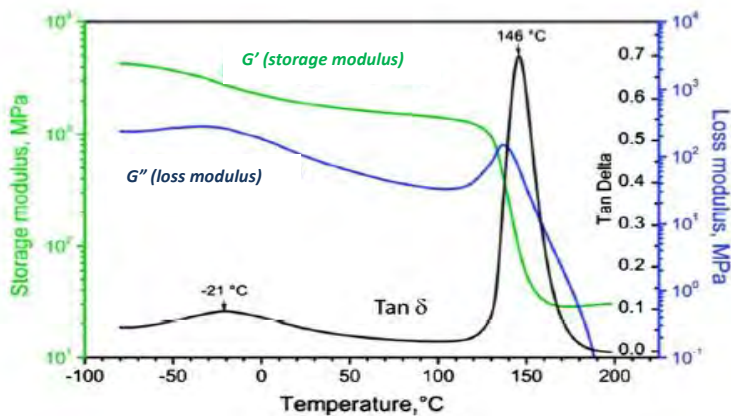
Modulus simpan atau modulus dinamik biasanya berhubungan dengan modulus Young. Hal ini sering dikaitkan dengan "stiffness/kekakuan" materi dan menentukan bagaimana kaku atau tipis sampel. G' dianggap sebagai kecenderungan bahan/kemampuan untuk menyimpan energi yang diberikan untuk tujuan kemudian. Modulus hilang (G'') atau kerugian modulus dinamis, merupakan respon viskositas bahan dan dianggap sebagai kecenderungan bahan untuk menghilangkan energi yang diterapkan untuk itu. Modulus hilang sering dikaitkan dengan "gesekan internal" dan sensitif terhadap berbagai jenis gerakan molekul, transisi, proses relaksasi, morfologi, dan heterogenitas struktural lainnya.



Gambar 2.2 Hubungan antara G' , G'' , dan $\tan \delta$ (Menard, 2008)

Faktor redaman ($\tan \delta$) dinyatakan sebagai angka tak berdimensi dan dianggap sebagai faktor redaman mekanik yang didefinisikan sebagai rasio *loss* dan modulus simpan ($\tan \delta = G''/G'$) ditunjukkan pada Gambar. 2.2. Hubungan antara modulus hilang, modulus simpan dan Faktor redaman dalam grafik DMA terhadap suhu ditunjukkan pada Gambar. 2.3. Komponen yang dihasilkan yang diperoleh dari plot disebut sebagai modulus kompleks (modulus geser), dinotasikan dengan (E^*). Nilai Faktor redaman yang tinggi merupakan indikasi dari bahan yang memiliki komponen regangan non-elastis yang tinggi sementara faktor redaman dengan nilai yang rendah menunjukkan elastisitas tinggi. Peningkatan dalam ikatan antarmuka serat/matiks

menghasilkan reduksi faktor redaman karena mobilitas dari rantai molekul pada antarmuka serat/matriks menurun. Faktor redaman terkait dengan gerakan molekul, viskoelastisitas, selain cacat tertentu yang berkontribusi terhadap redaman seperti dislokasi, batas butir, batas fasa dan berbagai antarmuka (Saba dkk., 2016a).



Gambar 2.3 Hubungan antara G' , G'' , dan $\tan \delta$ terhadap temperatur dalam DMA (Saba dkk., 2016b).

Terjadinya transisi termal pada suatu bahan dikarenakan adanya perubahan volume bebas atau terdapat waktu relaksasi (Menard, 2008). Volume bebas merupakan ruang dalam molekul polimer sebagai tempat gerak internal polimer. Volume bebas sangat berkaitan dengan viskoelastis, *aging*, penambahan *solvent* serta pengaruh *impact*. Untuk menyebabkan terjadinya transisi maka dibutuhkan energi. Energi tersebut disebut dengan energi aktivasi dari transisi. Energi aktivasi T_g diperlukan untuk menghasilkan transisi gelas sedangkan energi aktivasi T_β diperlukan untuk terjadinya transisi beta. Saat T_β , seluruh *side chain* dan grup lokal atom utama mulai mempunyai cukup ruang

untuk bergerak dan mulai menghasilkan sifat *toughness*. Sedangkan T_g mengindikasikan terjadinya relaksasi dalam sebuah polimer di mana material berubah dari daerah gelas ke daerah karet. Energi aktivasi diperoleh dari *slope* antara $\ln(f \text{ in Hz})$ terhadap $1000/T \text{ (K}^{-1}\text{)}$ di mana f adalah frekuensi stimulus yang diterapkan pada bahan dalam Hz dan T adalah temperatur yang ditetapkan dalam kelvin.

BAB III

METODE PENELITIAN

Aglomerasi merupakan masalah yang cukup serius dalam sintesis komposit. Karena dengan adanya aglomerasi atau ketidak homogenan maka beban/tegangan yang diberikan pada sampel tidak merata dan hanya terfokus pada area-area tertentu. Akibatnya mudah terjadi *crack*. Penggunaan metode likuid dalam sintesis komposit PEG/SiO₂ amorf pada penelitian ini diharapkan untuk meningkatkan homogenitas komposit. Selain itu, *dynamic mechanical analyzer* (DMA) juga digunakan untuk mengetahui nilai modulus simpan, modulus hilang, faktor redaman, temperatur transisi gelas (T_g) dan energi aktivasi komposit PEG/SiO₂ amorf.

Metodologi penelitian ini terdiri dari 3 bagian, yaitu (i) sintesis SiO₂ amorf, (ii) sintesis komposit PEG/SiO₂ amorf dengan metode likuid, dan (iii) Pengujian dengan menggunakan *dynamic mechanical analyzer* (DMA).

3.1 Sintesis SiO₂ amorf

Pasir yang digunakan berasal dari pasir Tanah Laut, Kalimantan Selatan, Indonesia. Pasir tersebut kemudian di ayak dengan ayakan 100 mesh. Selanjutnya pasir dicuci dengan akuades sebanyak 15 kali untuk menghilangkan pengotor yang tidak diinginkan. Kemudian pasir dikeringkan pada suhu 80°C selama 12 jam. Pasir tersebut lalu diseparasi dengan menggunakan magnet permanen untuk menghilangkan kandungan senyawa besinya. Setelah proses separasi, tahap selanjutnya yaitu dengan dilakukan proses penggilingan basah (*wet milling*) menggunakan *planetary ball mill*. Pada proses ini, untuk satu kali miling, dibutuhkan 30 gram pasir dan 75 mL alkohol dengan 48 bola zirkon. Proses penggilingan basah dilakukan selama 1 jam dengan kecepatan 150 rpm. Setelah proses penggilingan, pasir dipanaskan pada suhu 50°C selama 12 jam untuk menghilangkan kandungan alkohol.

Setelah pasir kering dan alkohol hilang, proses selanjutnya yaitu proses pelindian (*leaching*), pada proses ini pasir direndam dengan HCl 2M selama 24 jam dengan 900 ml HCl 2M untuk pasir silika 30 gram. Proses ini bertujuan untuk melarutkan bahan atau unsur-unsur yang tidak diinginkan. Setelah itu dicuci dengan akuades sampai pH 7. Setelah mencapai pH 7, pasir dipanaskan pada suhu 80°C selama 6 jam sampai kering. Dari proses ini didapat serbuk silika kuarsa.

Silika kuarsa kemudian dilanjutkan ke proses selanjutnya untuk mendapatkan silika amorf. Sejumlah silika kuarsa hasil tahap pertama dicampur dengan sejumlah NaOH 7M dan akuades. Selanjutnya dilakukan pengadukan dengan kecepatan tertentu sampai mengerak. Hasil kerak tersebut larut dalam akuades yang kemudian disaring dengan menggunakan kertas saring (10 μ m). Larutan yang lolos (Na₂SiO₃) kemudian diambil.

Larutan Na₂SiO₃ kemudian dititrasi dengan HCl 2M. Pengadukan pada larutan Na₂SiO₃ dilakukan saat proses titrasi. Larutan tersebut kemudian diendapkan selama 24 jam. Hasil endapan akan menghasilkan gel yang bercampur air. Selanjutnya gel akan dicuci. Campuran *gel* dengan akuades tersebut kemudian diendapkan kembali sampai gel dan air terpisah. Dari proses tersebut, *gel* diambil dengan membuang akuades yang ada di atasnya. Hasil yang didapat berupa silika amorf.

3.2 Sintesis Komposit PEG4000/SiO₂ Amorf dengan Metode Likuid

Sintesis komposit PEG4000/SiO₂ amorf dilakukan dengan memanaskan PEG4000 pada suhu 60°C sampai PEG mencair, kemudian dicampur dengan serbuk silika amorf. Kemudian dicetak dan dikompaksi. Komposisi SiO₂ amorf yang digunakan dalam komposit PEG4000/SiO₂ amorf sebanyak 0%, 20%, 40%, 60%, 80%wt.

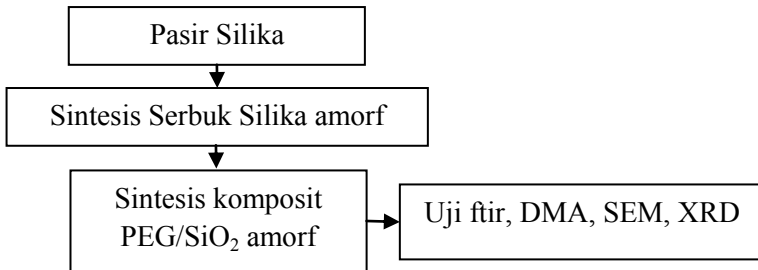
3.3 Pengujian dengan DMA Variasi Frekuensi

Komposit PEG4000/SiO₂ amorf diuji dengan instrumen DMA, *dynamic mechanical analyzer*. Instrumen DMA yang digunakan adalah Mettler Toledo tipe DMA/SDTA861. Mode pengukuran yang digunakan adalah mode *shear* untuk mendapatkan modulus geser dari komposit PEG4000/SiO₂ amorf. Dimensi komposit saat pengukuran dengan instrumen DMA adalah 5x5x1 mm. Pengujian DMA dilakukan dengan variasi frekuensi 1, 10, 100, 150 dan 200 Hz dengan rentang temperatur 25-80°C. Dari pengujian tersebut akan didapatkan informasi mengenai modulus simpan, modulus hilang dan temperatur transisi gelas (T_g).

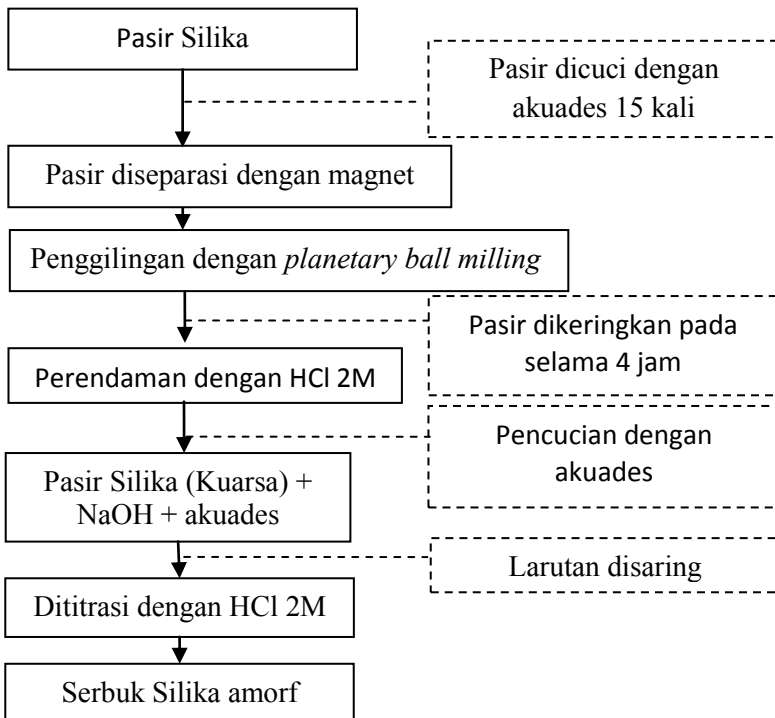
Selain dilakukan pengujian dengan DMA, komposit PEG4000/SiO₂ amorf juga dilakukan pengujian SEM/EDX untuk mengetahui tingkat homogenitas. Untuk menganalisis homogenitas sampel, gambar citra SEM/EDX diolah dengan *software PixelProfile*. Prinsip kerja dari *software* tersebut yaitu dengan menarik garis pada gambar maka *software* akan memunculkan 3 intensitas warna dasar (merah, hijau dan biru) sebagai warna penyusun sepanjang garis tersebut. Sehingga dapat diketahui distribusi 3 warna tersebut dengan mengetahui intensitasnya. Warna merah mewakili atom Si, warna hijau mewakili atom O sedangkan warna biru mewakili atom karbon.

3.4 Diagram Alir Penelitian

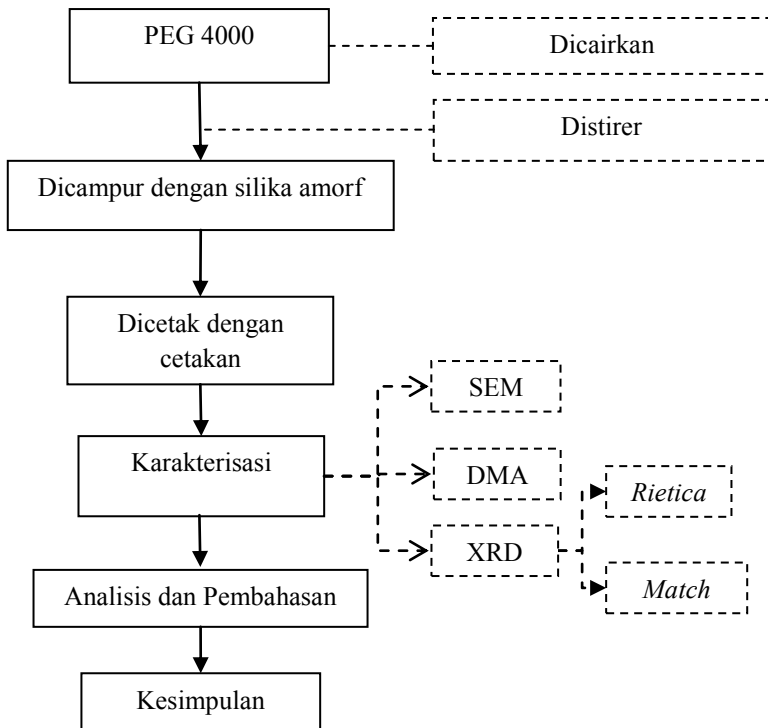
Dari berbagai tahap yang dilakukan dalam penelitian ini, berikut merupakan diagram alir penelitian secara umum, sintesis serbuk silika amorf dan pembuatan komposit beserta berbagai pengujian yang dilakukan.



Gambar 3. 1 Diagram alir penelitian secara umum



Gambar 3. 2 Diagram alir sintesis serbuk silika amorf



Gambar 3.3 Diagram alir penelitian

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

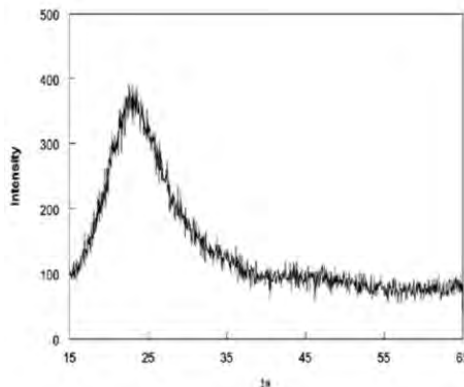
4.1 Preparasi Silika Amorf dan Komposit PEG4000/SA

4.1.1 Bahan Dasar

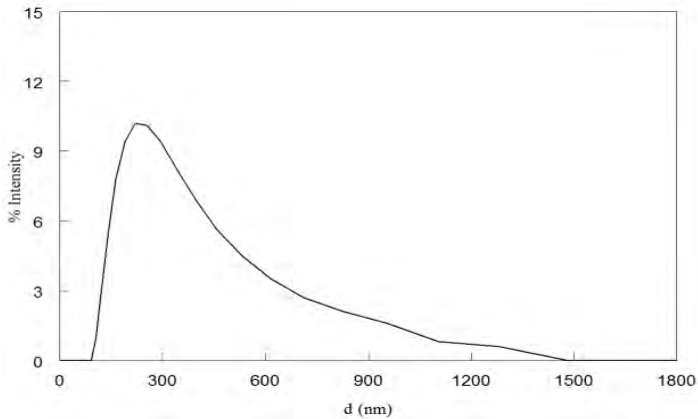
Bahan dasar yang digunakan dalam penelitian ini adalah pasir dari Tanah Laut, Kalimantan Selatan. Fauziyah (2015) pernah meneliti bahwa pasir tersebut mengandung unsur Si sebanyak 89,4%. Kemudian proses pemurnian pasir silika dilakukan dengan beberapa tahap yaitu dengan separasi oleh magnet permanen, penggilingan dengan *planetary milling* dan perendaman HCl yang menghasilkan serbuk silika dengan kandungan Si sebesar 95,9% (Fauziyah, 2015).

4.1.2 Hasil Sintesis Silika Amorf

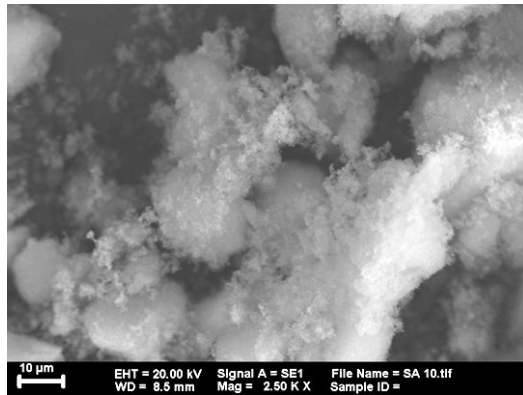
Serbuk silika ini kemudian digunakan untuk mensintesis serbuk silika amorf (SA) dengan metode kopresipitasi. Dengan menggunakan difraktometer sinar-X, serbuk silika setelah proses kopresipitasi teridentifikasi sebagai serbuk silika dengan fasa SiO_2 amorf sebagaimana yang terlihat pada Gambar 4.1.



Gambar 4.1 Pola difraksi sinar-X (radiasi $\text{Cu-K}\alpha$) dari serbuk silika (Fauziyah, 2015).



Gambar 4.2 Pola distribusi ukuran partikel serbuk silika dengan menggunakan instrumen *Particle Size Analyzer* (PSA).



Gambar 4.3 Citra SEM pada serbuk silika amorf.

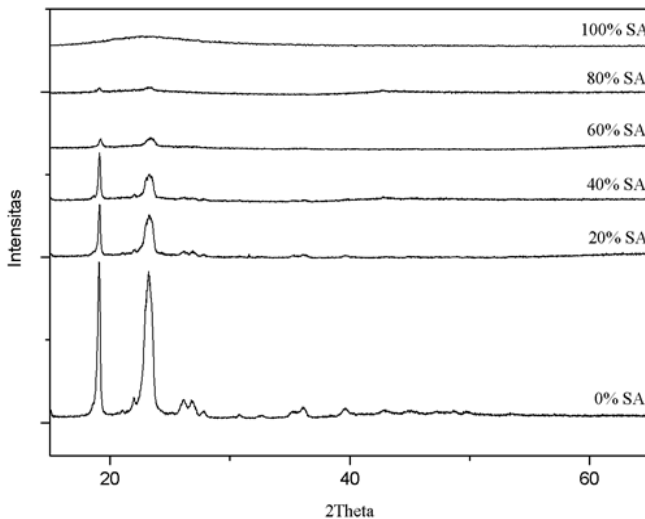
Gambar 4.2 menunjukkan pola distribusi partikel serbuk silika dari instrumen PSA. Serbuk silika amorf dengan sebaran terbanyak memiliki ukuran 319 nm. Partikel silika amorf cenderung beraglomerasi yang terlihat dari lebar puncak yang

cukup besar. Kecenderungan aglomerasi serbuk silika amorf juga didukung pada pengujian SEM dengan perbesaran 2500 kali, seperti yang ditunjukkan pada Gambar 4.3. Citra SEM juga menunjukkan serbuk silika amorf mempunyai ukuran yang tidak seragam, tidak membentuk kristal dan ukuran cenderung nanometrik.

Komposit PEG4000/SiO₂ amorf (kemudian disebut PEG/SA) yang telah disintesis menggunakan metode likuid dengan komposisi 20%wt, 40%wt, 60%wt, 80%wt silika amorf (kemudian disebut SA-20, SA-40, SA-60, dan SA-80) dikarakterisasi menggunakan XRD, FTIR dan SEM/EDX.

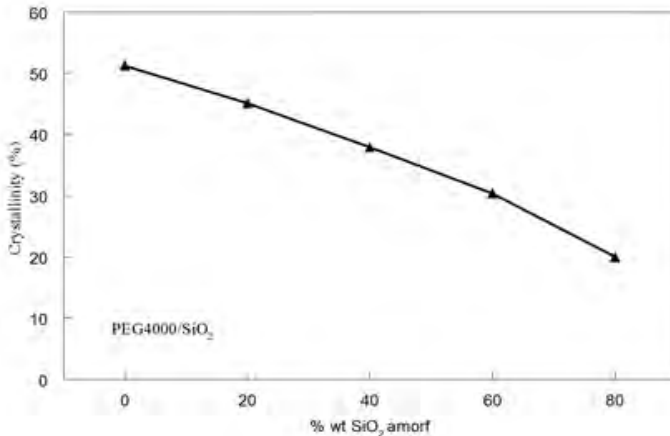
4.1.3 Analisis Data Difraktometer PEG4000/SiO₂ Amorf

Pada Gambar 4.4 menunjukkan pola XRD SA-0 (PEG4000 murni) dan komposit PEG/SA. Gambar tersebut menunjukkan bahwa tidak terbentuk puncak baru pada hasil data



Gambar 4.4 Pola difraksi sinar X dari SA-0, SA-20, SA-40, SA-60, SA-80, dan SA-100.

XRD komposit selain perpaduan puncak PEG4000 dan silika amorf. Tidak adanya puncak baru yang terbentuk menunjukkan tidak ada reaksi kimia yang terjadi dan menunjukkan pembentukan komposit PEG4000/SiO₂ amorf berhasil.



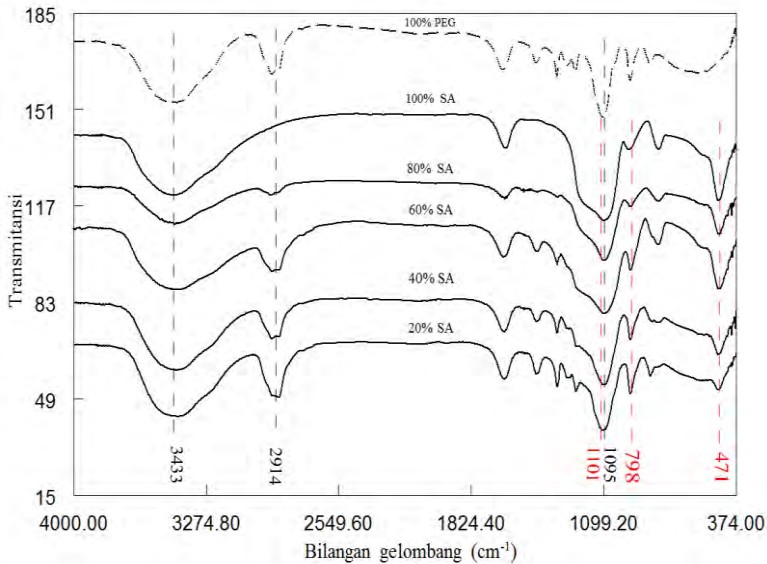
Gambar 4.5 Grafik kristalinitas SA-0, SA-20, SA-40, SA-60 dan SA-80.

Pola difraksi sinar-X juga dapat memberi informasi mengenai tingkat kristalinitas suatu bahan komposit. Pada Gambar 4.5 menunjukkan hubungan kristalinitas terhadap komposisi pengisi dalam komposit. Dengan bertambahnya komposisi pengisi pada komposit, tingkat kristalinitas komposit menurun. Penurunan kristalinitas tersebut diakibatkan karena pengisi merupakan silika dengan fasa amorf, fasa yang mempunyai susunan atom yang tidak teratur. Dengan demikian, meningkatnya komposisi pengisi dalam komposit akan menurunkan kristalinitas komposit.

4.1.4 Analisis Data Spektroskopi FTIR PEG4000/SiO₂ Amorf

Spektrum FTIR dapat menyediakan informasi yang sangat bermanfaat tentang ikatan gugus senyawa dan dapat menyatakan apakah terdapat kombinasi dari gugus SiO₂ dan PEG.

Spektrum FTIR dari SA-0, SA-100, SA-20, SA-40, SA-60 dan SA-80 disajikan pada Gambar 4.6. SA-100 memperlihatkan puncak karakteristik pada 798 cm^{-1} (*symmetric Si-O-Si stretching*), 1105 cm^{-1} (*asymmetric Si-O-Si stretching*), dan 471 cm^{-1} (*Si-O-Si bending*). Sedangkan puncak karakteristik PEG4000 terdapat di 3433 cm^{-1} (*O-H stretching*), 2914 cm^{-1} (*C-H stretching*), dan 1101 cm^{-1} (*C-O-C symmetric stretching*) (Tang dkk., 2013). Dalam spektrum komposit PMC (*polymer matrix composite*), kedua puncak karakteristik FTIR dari SiO_2 dan PEG4000 memperlihatkan tidak terdapat puncak baru, mengindikasikan bahwa tidak ada ikatan kimia yang terjadi antara gugus SiO_2 dengan PEG.



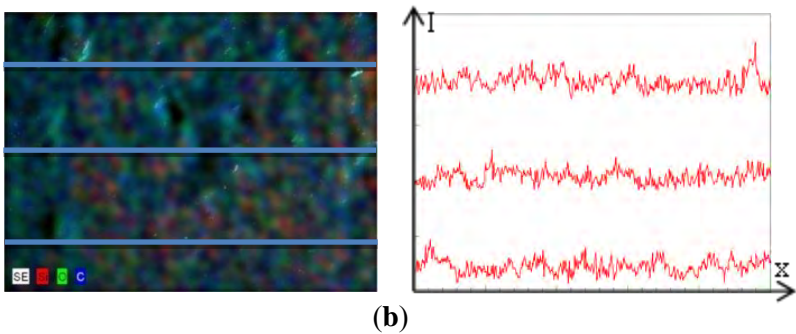
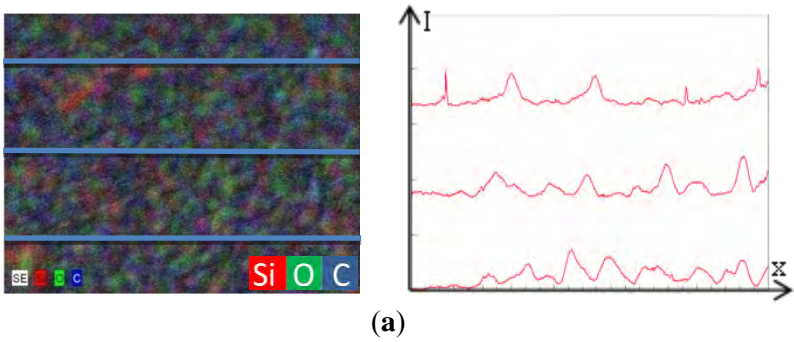
Gambar 4.6 Spektrum FTIR dari SA-0, SA-100, SA-20, SA-40, SA-60 dan SA-80.

4.1.5 Analisis Data SEM/EDX Komposit PEG4000/SiO₂ Amorf

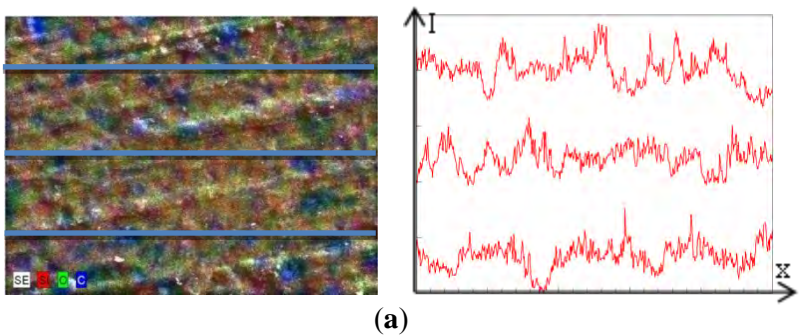
Gambar 4.7-4.10 menunjukkan citra SEM/EDX SA-20, SA-40, SA-60 dan SA-80 dengan perbedaan metode sintesis komposit yaitu metode solid dan likuid. Poin (a) menunjukkan hasil sintesis komposit dengan metode solid, sedangkan poin (b) menunjukkan hasil sintesis komposit dengan metode likuid. Adapun metode solid yaitu pencampuran PEG dengan serbuk silika amorf dalam keadaan padat, diaduk dalam mortar kemudian dicetak. Sedangkan metode likuid, metode yang digunakan dengan mencampur PEG dalam keadaan cair dengan serbuk silika amorf. Kemudian dianalisis homogenitas sebaran pengisi dalam komposit yang disintesis menggunakan metode likuid dengan komposit yang disintesis menggunakan metode solid. Citra SEM/EDX komposit PEG/SA dengan metode solid sebagai referensi diambil dari penelitian Fauziyah (2015).

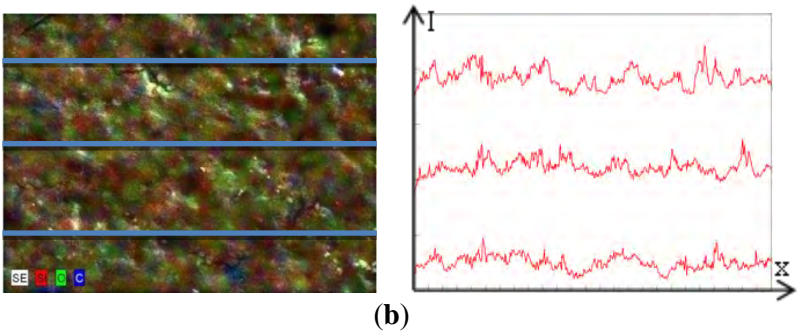
Citra SEM/EDX (Gambar 4.7-4.10 sebelah kiri) menunjukkan sebaran atom Si, O dan C. Sebaran atom silika ditunjukkan dengan warna merah, sebaran atom oksigen ditunjukkan dengan warna hijau sedangkan sebaran atom karbon ditunjukkan dengan warna biru. Pada penelitian ini dilakukan analisis sebaran pengisi silika yaitu yang ditunjukkan dengan warna merah. Dengan menggunakan *software PixelProfil* sebaran warna merah pada jarak tertentu dapat ditampilkan sebagai kurva dengan sumbu tegak sebagai intensitas warna sedangkan sumbu datar sebagai posisi.

Intensitas kurva sebaran pengisi hasil *software PixelProfil* ditampilkan di samping citra SEM/EDX. Sampel mempunyai homogenitas tinggi jika intensitas menunjukkan kurva yang kontan, kurva tidak membentuk bukit dan lembah yang lebar atau kurva membentuk bukit dan lembah sempit yang berulang. Dalam penelitian ini, analisis homogenitas pengisi dinilai secara kualitatif dengan melihat masing-masing intensitas kurva sebaran pengisi.

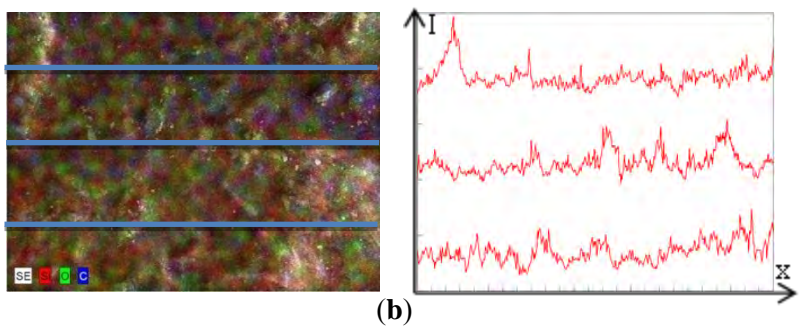
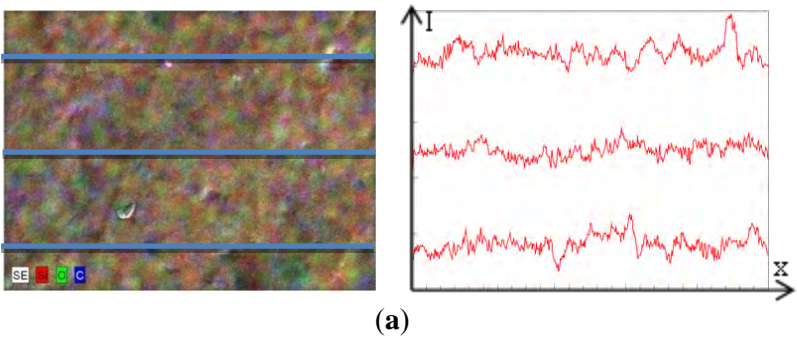


Gambar 4.7 Citra SEM/EDX dan kurva intensitas *Pixelprofile* pada (a) SA-20 solid, (b) SA-20 likuid.

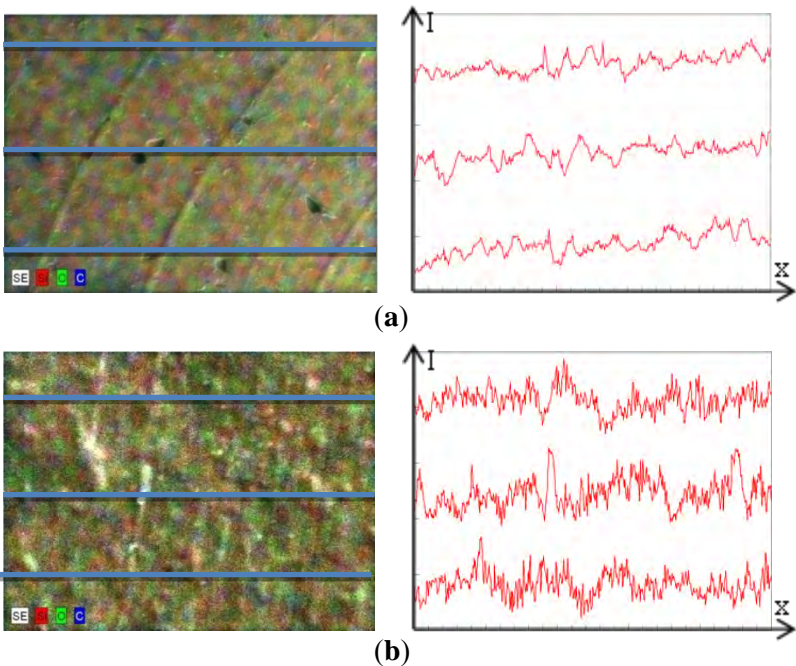




Gambar 4.8 Citra SEM/EDX dan kurva intensitas *Pixelprofile* pada (a) SA-40 solid, (b) SA-40 likuid.



Gambar 4.9 Citra SEM/EDX dan kurva intensitas *Pixelprofile* pada (a) SA-60 solid, (b) SA-60 likuid.



Gambar 4.10 Citra SEM/EDX dan kurva intensitas *Pixelprofile* pada (a) SA-80 solid, (b) SA-80 likuid.

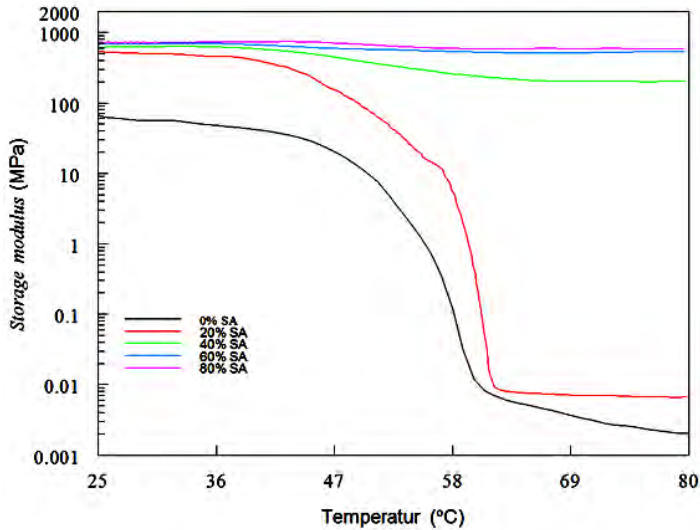
Gambar 4.7-4.8 memperlihatkan citra SEM/EDX dan kurva sebaran serbuk silika SA-20 dan SA-40. Kurva sebaran serbuk silika SA-20 dan SA-40 metode solid memperlihatkan bukit dan lembah yang lebar jika dibandingkan dengan sampel SA-20 dan SA-40 metode likuid yang terlihat memiliki kurva dengan bukit dan lembah yang relatif lebih sempit. Artinya homogenitas SA-20 dan SA-40 metode likuid lebih baik dari sampel dengan metode solid. Sedangkan Gambar 4.9-4.10 memperlihatkan citra SEM/EDX dan kurva sebaran pengisi SA-60 dan SA-80. Kurva sebaran pengisi SA-60 metode likuid hampir sama dengan kurva sebaran pengisi SA-60 metode solid. Artinya homogenitas SA-60 dan SA-80 metode likuid tidak lebih

baik dari SA-60 dan SA-80 metode solid. Jika diperhatikan, komposit dengan komposisi pengisi lebih sedikit dari matrik (SA-20 dan SA-40) memiliki homogenitas yang lebih baik, sedangkan komposit dengan komposisi pengisi lebih banyak dari matrik (SA-60 dan SA-80) memiliki homogenitas yang tidak lebih baik. Hal tersebut seperti yang diteliti oleh Lee dan Yoo (2016) yang menjelaskan bahwa komposisi silika yang relatif sedikit dalam komposit bermatrik polimer memberikan nilai yang lebih efektif terhadap kekakuan dan ketangguhan. Homogenitas yang meningkat pada komposit SA-20 dan SA-40 metode likuid dikarenakan komposisi matrik dalam komposit lebih banyak dari pengisi, matrik yang lebih banyak memungkinkan pencampuran pengisi yang lebih rata. Sedangkan homogenitas yang tidak meningkat pada komposit SA-60 dan SA-80 metode likuid dimungkinkan karena matrik dalam komposit lebih sedikit daripada pengisi. Dengan matrik yang lebih sedikit membuat pengisi cenderung beraglomerasi. Kecenderungan pengisi beraglomerasi juga disebabkan karena densitas serbuk silika yang relatif lebih kecil. Pengisi adalah serbuk silika memiliki volume yang besar sedangkan massanya relatif kecil.

4.2 Hasil Pengujian Instrumen DMA (*Dynamic Mechanical Analyzer*)

4.2.1 Modulus Simpan (G') Komposit PEG4000/SiO₂ Amorf

Modulus simpan (G') atau *dynamic storage modulus* secara khas berhubungan dengan modulus young. Seringkali dihubungkan dengan kekakuan dari material dan menentukan bagaimana kaku atau lemahnya sebuah material (Saba dkk., 2016b).



Gambar 4. 11 Nilai modulus simpan SA-0, SA-20, SA-40, SA-60 dan SA-80 pada frekuensi 1Hz.

Tabel 4. 1 Nilai modulus simpan absolut komposit PEG4000/
SiO₂ amorf (25°C)

Komposisi SA (%wt)	Modulus simpan absolut (MPa)
0	93
20	532
40	615
60	678
80	724

Plot dari modulus simpan terhadap temperatur (Gambar 4.11) memperlihatkan bahwa dengan bertambahnya komposisi silika amorf sebagai pengisi (*filler*) meningkatkan modulus simpan komposit PEG/SA. Hal ini dapat diamati dari lebih besarnya nilai modulus simpan SA-20 dibanding dengan PEG murni. Selain itu, nilai modulus simpan komposit meningkat

seiring dengan penambahan komposisi pengisi. Fenomena peningkatan nilai modulus simpan seiring bertambahnya komposisi pengisi disebabkan karena molekul-molekul polimer yang dianggap sebagai kumpulan segmen mempunyai derajat gerak kebebasan yang lebih tinggi. Material yang lebih padat (silika) dalam komposit mempunyai energi kinetik yang lebih rendah dan osilasi terhadap kedudukan relatifnya sangat kecil (Baboo dkk., 2010). Energi kinetik polimer yang lebih tinggi akan ditransfer ke silika oleh PEG (matrik) (Smallman dan Bishop, 2000). Energi kinetik tersebut direduksi oleh silika sehingga silika dapat membatasi kemungkinan dari berbagai gerakan rantai polimer dalam komposit. Oleh sebab itu, molekul dalam sampel semakin sulit untuk merespon beban/tegangan yang dikenakan pada sampel. Akibatnya nilai modulus simpan menjadi tinggi. Transfer energi antara polimer PEG dan silika tersebut terjadi karena antara keduanya terjadi interaksi yaitu membentuk ikatan antarmuka. Ikatan antarmuka ini yang bertanggung jawab terhadap pembatasan gerak rantai gugus polimer oleh silika.

Saat temperatur semakin meningkat, modulus simpan dari semua sampel memperlihatkan bentuk penurunan yang signifikan (47°C - 58°C). Pada saat temperatur awal penurunan tersebut (kira-kira dekat dengan T_g), volume bebas dari rantai segmen polimer meningkat. Gerakan dari rantai-rantai menghasilkan lebih banyak regangan pada sampel yang dikenai beban. Akibatnya, nilai modulus menurun pada 47°C sampai 58°C di mana terdapat daerah transisi gelas sampel di daerah tersebut.

Setelah modulus simpan mengalami pola penurunan, kemudian nilai modulus simpan mencapai nilai yang konstan terhadap temperatur (di daerah karet, *rubbery*) untuk hampir semua sampel (kecuali PEG murni). Pada suhu 58°C - 80°C komposit SA-0, SA-20 dan SA-40 terlihat jelas mempunyai nilai modulus simpan yang rendah jika dibandingkan dengan nilai modulus simpan pada daerah gelasnya. Rendahnya nilai modulus simpan pada daerah tersebut menandakan kekakuan komposit

berkurang, kekakuan komposit seperti karet. Hal ini dikarenakan pada saat mendekati T_g , mobilitas molekul meningkat cukup berarti, rotasi ikatan C-C pada rantai molekul mulai terjadi, volume bebas struktur meningkat, dan gaya intermolekul berkurang. Dengan demikian, gaya luar lebih mudah mendeformasi struktur dan modulus simpan menurun (Smallman dan Bishop, 2000, p. 387). Sedangkan pada komposit SA-60 dan SA-80 tidak terlihat perbedaan nilai modulus simpan yang signifikan antara daerah gelas dan karet. Hal tersebut dapat diindikasikan komposisi silika amorf pada komposit SA-60 dan SA-80 sangat banyak dibanding dengan komposisi polimer sehingga fenomena viskoelastis tidak terlihat signifikan.

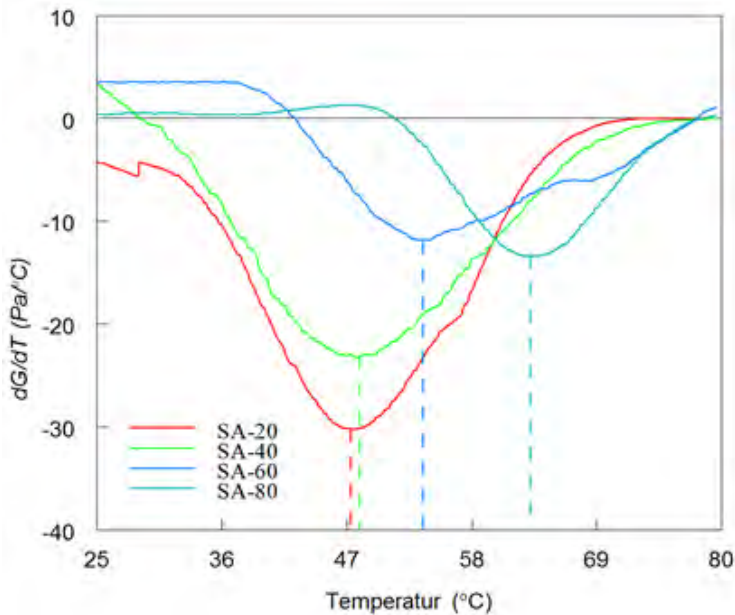
Sedangkan pada daerah karet, komposit dengan komposisi silika amorf yang lebih tinggi mempunyai nilai modulus simpan yang lebih tinggi. Fenomena ini terjadi karena pengisi (silika) membatasi gerak segmen polimer sehingga mengurangi slipnya rantai-rantai utama polimer pada daerah karet. Akibatnya, pada komposisi silika yang lebih tinggi gerakan molekul dalam polimer lebih kecil yang menyebabkan meningkatnya nilai modulus simpan di daerah karet.

Untuk PEG murni, pada suhu 58°C - 80°C , nilai modulus tidak konstan, melainkan semakin menurun. Fenomena ini disebabkan rantai polimer telah bergerak bebas, mengalir lebih mudah dan sudah mencapai titik leburnya (T_m).

Kurva modulus simpan juga dapat memberikan informasi tentang daerah temperatur transisi gelas (T_g). T_g didefinisikan sebagai temperatur di mana (i) titik tengah dari gradien modulus simpan (G') terhadap fungsi temperatur atau (ii) daerah di mana G' meningkat dengan kenaikan frekuensi saat temperatur tetap atau (iii) terdapat puncak faktor redaman atau (iv) terdapat puncak modulus hilang (G''). T_g merupakan temperatur yang mengindikasikan proses relaksasi dalam sebuah polimer di mana material berubah dari bahan yang bersifat gelas menuju bahan yang bersifat karet (Saba dkk., 2016b). Dalam beberapa kondisi, antara modulus simpan (G'), modulus hilang (G'') dan faktor

redaman ($\tan \delta$) memberikan nilai T_g yang berbeda. Perbedaan tersebut diduga karena kompleksnya tingkah laku mekanikal dinamik (*dynamic mechanical behavior*) komposit yang timbul akibat pembatasan gerak molekul polimer karena kehadiran pengisi. Tingkah laku ini sangat dipengaruhi oleh sifat mekanikal dinamik (*dynamic mechanical properties*) dari matrik, pengisi dan ikatan antarmuka (Geethamma dkk., 2005).

Pada penelitian ini nilai T_g diperoleh dari gradien modulus simpan (G') terhadap fungsi temperatur. Meskipun kurva faktor redaman diperoleh dari DMA yang menunjukkan sebagai salah satu definisi temperatur transisi gelas pada komposit, tetapi kecocokan antara gradien modulus simpan terhadap definisi terjadinya proses relaksasi adalah lebih akurat. Sehingga analisis temperatur transisi gelas diperoleh dari gradien modulus simpan (dG'/dT) (Baboo dkk., 2010).



Gambar 4.12 Penentuan T_g dari grafik modulus simpan.

Gambar 4.12 menunjukkan gradien modulus simpan terhadap temperatur (dG'/dT) dari komposit SA-20, SA-40, SA-60 dan SA-80. Dari gambar 4.12 menampilkan dengan jelas adanya pergeseran temperatur transisi gelas menuju temperatur yang lebih tinggi dengan penambahan komposisi silika amorf dalam komposit. Pergeseran nilai T_g ini menuju ke temperatur yang lebih tinggi dapat dijelaskan bahwa volume bebas dari molekul rantai dari komposit menurun dan menyebabkan energi yang dibutuhkan lebih banyak untuk membuat transisi dari fasa karet menuju fasa gelas.

Tabel 4.2 Temperatur transisi gelas (T_g) komposit PEG4000/SiO₂ amorf pada frekuensi 1 Hz

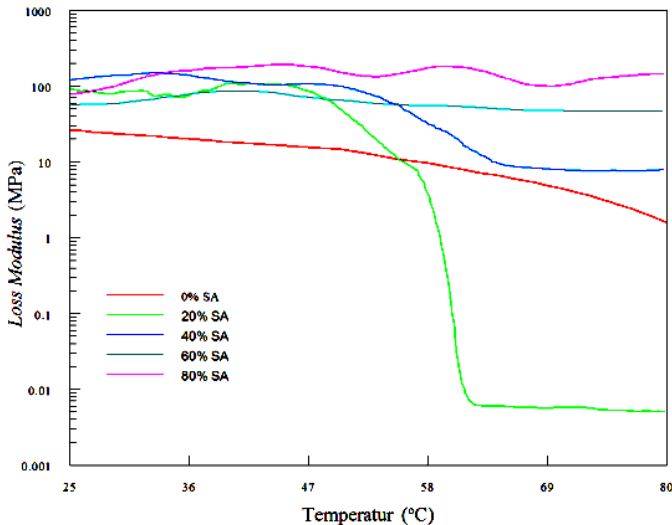
Komposisi SA (%wt)	T_g (°C)
20	47
40	48
60	54
80	63

Gambar 4.12 memperlihatkan bahwa kurva SA-20 mempunyai nilai diferensial minimum paling rendah daripada kurva komposit yang lainnya. Semakin tinggi komposisi PEG dalam komposit cenderung mempunyai nilai diferensial minimum. Semakin rendah nilai diferensial minimum menandakan semakin banyaknya slip yang terjadi antar rantai molekul polimer. Hal ini menunjukkan bahwa komposit dengan komposisi silika amorf yang lebih sedikit mengalami slip antar rantai molekul polimer yang besar.

4.2.2 Modulus Hilang (G'')

Modulus hilang (G'') atau *dynamic loss modulus* adalah respon viskus dari material dan dapat dianggap sebagai kecenderungan material untuk melepas energi. Modulus hilang

sering dikaitkan dengan gerak internal molekul dan sensitifnya terhadap berbagai jenis gerak molekuler, transisi, proses relaksasi dan morfologi (Saba dkk., 2016b).



Gambar 4.13 Modulus hilang SA-0, SA-20, SA-40, SA-60 dan SA-80 pada frekuensi 1 Hz.

Gambar 4.13 memperlihatkan modulus hilang dari SA-0, SA-20, SA-40, SA-60 dan SA-80. Dari ke lima sampel tersebut modulus hilang komposit cenderung terlihat tidak berurut. Pada saat temperatur absolut (25°C), SA-40 mempunyai modulus hilang yang paling tinggi kemudian disusul berturut-turut SA-80, SA-20, SA-60 dan SA-0. Secara teori, dengan bertambahnya komposisi silika dalam komposit dapat menurunkan nilai modulus hilang. Modulus hilang berkaitan dengan gerak internal molekul dan sifat viskositasnya. Silika amorf sebagai pengisi dalam komposit ini berperan menyerap energi yang diterapkan pada sampel. Serbuk silika amorf yang berinteraksi dengan

polimer membentuk ikatan antarmuka (*interface bonding*) antara pengisi dan matrik. PEG sebagai matrik dalam komposit bertugas untuk mentransfer tegangan/beban (Smallman dan Bishop, 2000). Sedangkan silika amorf sebagai pengisi bertugas untuk menyerap energi. Sehingga saat energi diberikan (berupa gaya osilasi dari DMA), sebagian energi direduksi oleh silika amorf. Energi sisanya diterima oleh gugus rantai polimer. Energi yang diterima gugus rantai polimer akan diubah menjadi gerak lokal molekul. Sehingga dengan komposisi silika yang lebih banyak akan mereduksi dan membatasi gerak rantai molekul yang ditunjukkan dengan nilai modulus hilang yang tinggi.

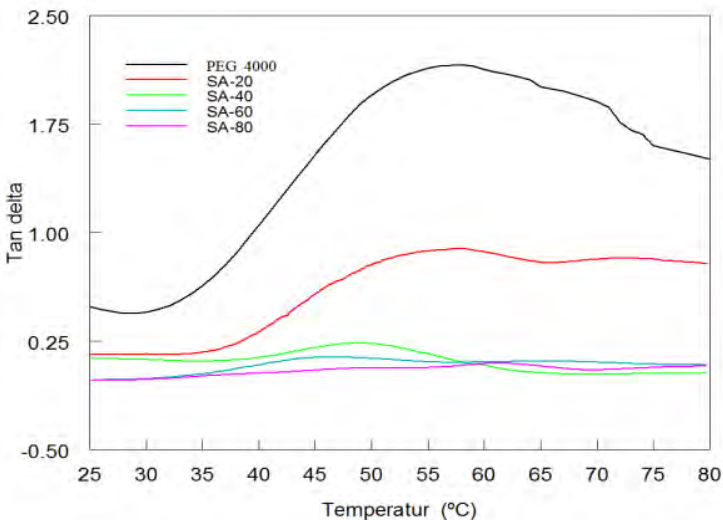
Dengan demikian, secara teori nilai modulus hilang yang paling tinggi adalah SA-0 kemudian diikuti dengan SA-20, SA-40, SA-60 dan SA-80. Keadaan tersebut dapat dikaitkan dengan komposisi pengisi (yaitu silika amorf) yang beraglomerasi khususnya untuk komposit dengan komposisi pengisi lebih dari komposisi matrik. Aglomerasi dalam komposit terlihat dari distribusi pengisi pada citra SEM/EDX. Silika amorf yang teraglomerasi ini dapat mempengaruhi daya serap beban/tegangan yang diberikan pada sampel. Selain itu, kerusakan pada komposit dapat menyebabkan penyerapan energi terganggu. Energi yang terserap menjadi berkurang, akibatnya nilai modulus hilang komposit meningkat. Nilai modulus hilang yang semakin menurun dengan semakin besarnya kerusakan yang terjadi pada bahan juga pernah dikaji oleh Kostka dkk., (2016). Kerusakan komposit khususnya komposit dengan komposisi pengisi yang lebih besar daripada matrik setelah dilakukan pengujian DMA ditampilkan pada sub bab berikutnya (sub bab 4.4). Pada sub bab 4.4 (Gambar 4.20-4.23), citra SEM memperlihatkan bahwa semakin bertambahnya komposisi pengisi pada komposit menyebabkan kerusakan komposit semakin besar.

Bentuk kurva komposit SA-80 dan SA-60 yang cenderung konstan dibanding dengan SA-40, SA-20 dan SA-0 disebabkan oleh morfologi komposit. Pada temperatur (68°C-80°C), sampel SA-80 dan SA-60 cenderung tetap berada dalam bentuknya

karena komposisi komposit didominasi oleh silika, sedangkan pada SA-40, SA-20 dan SA-0 mengalami transisi proses relaksasi.

4.2.3 Faktor Redaman ($\tan \delta$)

Faktor redaman diekspresikan sebagai nilai tanpa dimensi dan dianggap sebagai faktor redaman mekanik yang didefinisikan sebagai perbandingan dari *loss* dan modulus simpan (G''/G'). Tinggi nilai faktor redaman indikasi dari komponen regangan non elastis sehingga nilai faktor redaman yang rendah merupakan indikasi dari tingginya elastisitas. Peningkatan ikatan antarmuka oleh pengisi/matrik menghasilkan pereduksian dalam faktor redaman karena mobilitas rantai molekul pada antarmuka pengisi/matrik menurun (Saba dkk., 2016b).



Gambar 4.14 Faktor redaman ($\tan \delta$) SA-0, SA-20, SA-40, SA-60 dan SA-80 pada frekuensi 1Hz.

Gambar 4.14 menunjukkan terdapat perbedaan tinggi puncak faktor redaman dari SA-0, SA-20, SA-40, SA-60 dan SA-80. SA-0 mempunyai puncak faktor redaman tertinggi kemudian diikuti dengan SA-20, SA-40, SA-60 dan SA-80. Jika diperhatikan, dengan semakin sedikit komposisi pengisi dalam komposit membuat faktor redaman meningkat. Artinya dengan semakin sedikit komposisi pengisi dalam komposit sifat redaman meningkat. Semakin tinggi puncak faktor redaman menunjukkan semakin besar sifat redaman dari bahan. Fenomena tersebut dapat dijelaskan dengan melihat rantai molekul polimer yang mempunyai derajat gerak kebebasan yang lebih tinggi daripada silika. Saat komposit diberi pembebanan siklik, sebagian energi kinetik direduksi oleh silika dan sisanya diubah polimer menjadi gerak rantai molekulnya. Jika komposisi silika sedikit, maka sebagian besar energi kinetik diubah menjadi gerak molekul polimer. Karena polimer mempunyai derajat gerak kebebasan yang lebih tinggi daripada silika. Energi kinetik polimer diubah menjadi regangan. Hal ini yang dapat meredam pembebanan siklik yang diterapkan.

4.3 Energi Aktivasi Komposit PEG4000/SiO₂

Terjadinya transisi termal pada suatu bahan dikarenakan adanya perubahan volume bebas atau terdapat waktu relaksasi (Menard, 2008). Volume bebas sangat berkaitan dengan viskoelastis, *aging*, penambahan pelarut serta pengaruh pembebanan (*impact*). Untuk menyebabkan terjadinya transisi maka dibutuhkan energi. Energi tersebut disebut dengan energi aktivasi dari transisi. Energi aktivasi degradasi (E_a T_g) diperlukan untuk menghasilkan daerah transisi gelas sedangkan energi aktivasi transisi gerak molekul polimer (E_a T_β) diperlukan untuk terjadinya transisi beta. Saat T_β , seluruh rantai samping (*side chain*) dan grup lokal atom utama mulai mempunyai cukup ruang untuk bergerak dan mulai menghasilkan sifat *toughness*. Sedangkan T_g mengindikasikan terjadinya relaksasi dalam sebuah polimer di mana material berubah dari daerah gelas ke daerah

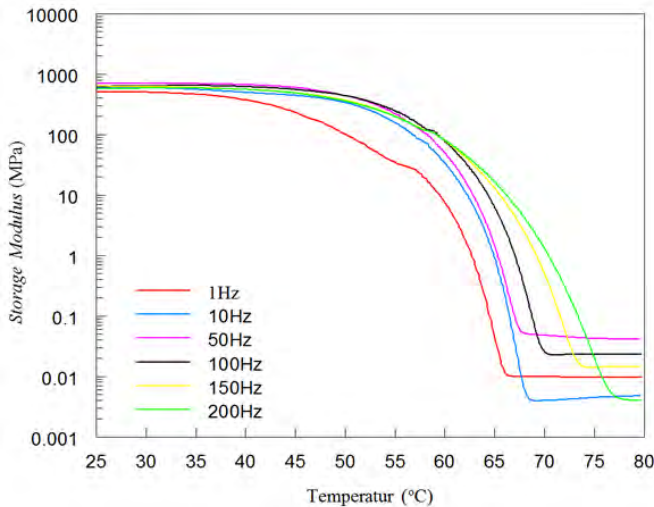
karet. Energi aktivasi diperoleh dari *slope* antara $\ln(f \text{ in Hz})$ terhadap $1000/T \text{ (K}^{-1}\text{)}$ di mana f adalah frekuensi stimulus yang diterapkan pada bahan dalam Hz dan T adalah temperatur yang ditetapkan dalam kelvin.

4.3.1 Energi Aktivasi Degradasi

Dalam DMA, stimulusnya merupakan tegangan osilasi sinusoidal dan responnya merupakan regangan osilasi sinusoidal. Karena sudut fase mempengaruhi frekuensi stimulus, frekuensi-frekuensi yang digunakan diatur dengan nilai yang sama konstan. Dengan demikian, peningkatan sudut fase akan dihasilkan pada transisi gelas dan temperatur tersebut pada sudut fase maksimum (Gracia-Fernández dkk., 2010).

Pemberian variasi frekuensi pada suatu bahan dapat menggeser temperatur transisi gelas, T_g . Meningkatkan frekuensi yang diterapkan pada bahan dapat meningkatkan nilai modulus simpan (G') dan menurunkan nilai modulus hilang (G''). Meningkatnya modulus simpan diakibatkan karena dalam pembebanan siklik dengan frekuensi tinggi, molekul tidak mendapatkan waktu yang cukup untuk menjalani deformasi permanen (*irreversible flow*). Akibatnya bahan cenderung menampilkan tingkah laku elastis. Oleh karena itu, saat frekuensi tinggi, bahan akan lebih seperti solid, sehingga yang teramati adalah meningkatnya modulus simpan dan bergesernya temperatur transisi gelas ke temperatur yang lebih tinggi. Tetapi jika bahan diberi pembebanan siklik dengan frekuensi rendah, molekul mempunyai waktu yang cukup untuk terjadi slip satu demi satu dan terjadi aliran (*flow*), tingkah laku bahan cenderung seperti likuid ini menyebabkan meningkatnya redaman, mengakibatkan nilai modulus hilang menjadi menurun (Geethamma dkk., 2005). fenomena tersebut terlihat pada Gambar 4.15 yang menunjukkan meningkatnya nilai modulus simpan dan pergeseran daerah transisi gelas.

Berikut adalah Gambar 4.15 yang merupakan komposit SA-20 dengan variasi frekuensi. Adapun komposit SA-40, SA-60 dan SA-80 dengan variasi frekuensi dilampirkan.



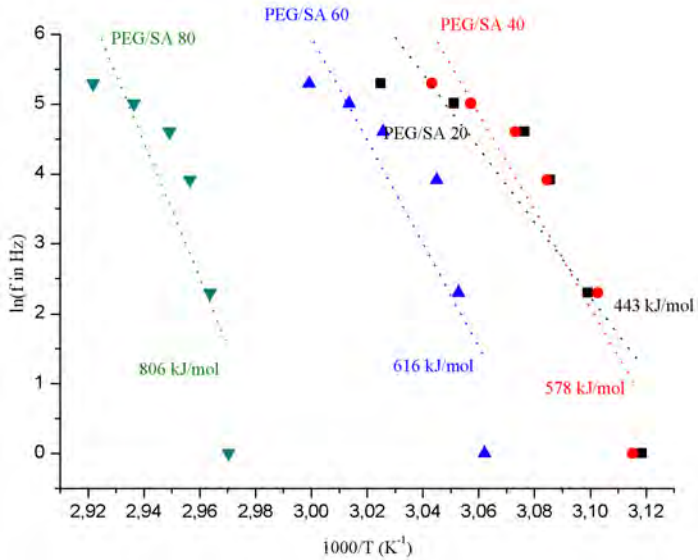
Gambar 4.15 Modulus simpan SA-20 dengan frekuensi 1Hz, 10Hz, 50Hz, 100 Hz, 150 Hz dan 200 Hz.

Nilai T_g akibat diterapkan variasi frekuensi disajikan dari tabel 4.3.

Tabel 4.3 Temperatur transisi gelas (T_g) pada komposit SA-20 dengan variasi frekuensi 1 Hz, 10Hz, 50Hz, 100 Hz, 150 Hz dan 200 Hz

Frekuensi (Hz)	T_g (°C)
1	48
10	49
50	51
100	52
150	55
200	58

Energi aktivasi degradasi diperoleh dari *slope* antara $\ln(f)$ (in Hz) terhadap $1000/T$ (K^{-1}) dengan T adalah T_g . Energi aktivasi T_g ditunjukkan dalam Gambar 4.16 dan ditabelkan pada Tabel 4.4.



Gambar 4.16 Energi aktivasi T_g (E_a) dari SA-20, SA-40, SA-60 dan SA-80

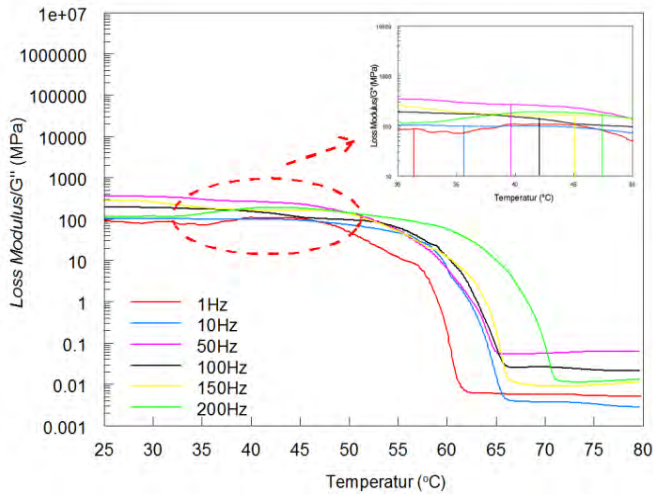
Tabel 4.4 Energi aktivasi degradasi dari SA-20, SA-40, SA-60 dan SA-80

Komposisi SA (%wt)	E_a /mol (kJ/mol)
20	443
40	578
60	616
80	806

Energi aktivasi degradasi dari SA-20, SA-40, SA-60 dan SA-80 ditunjukkan pada Tabel 4.4. Dengan bertambahnya komposisi silika dalam komposit, energi aktivasi juga meningkat. Hal ini dapat terjadi karena dengan bertambahnya komposisi silika amorf dalam komposit mengurangi volume bebas dan mereduksi gerak osilasi molekul polimer terhadap posisi relatifnya. Secara tidak langsung dengan komposisi silika yang lebih tinggi membutuhkan lebih banyak energi untuk membuat molekul bergerak dan bertransisi (terdegradasi). Fenomena ini juga dikonfirmasi oleh tingkah laku modulus simpan di mana meningkat dengan meningkatnya komposisi silika amorf. Meskipun dengan menurunnya komposisi PEG dalam komposit mengurangi densitas *crosslink*, namun yang menjadi sebab utama menurunnya volume bebas dan gerak osilasi molekul polimer adalah silika yang menjadi pengisi dalam komposit.

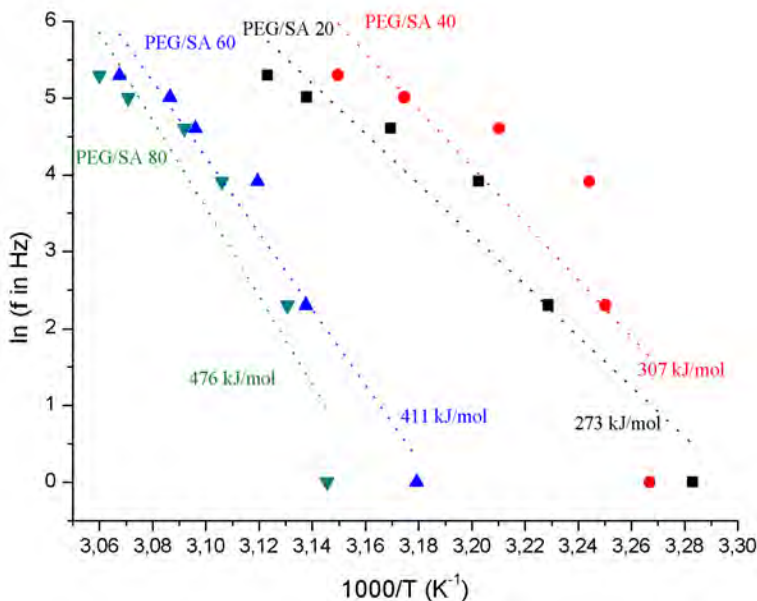
4.3.2 Energi Aktivasi Transisi Gerak Molekul Polimer

Energi aktivasi transisi gerak molekul polimer diperoleh dari *slope* antara $\ln(f \text{ in Hz})$ terhadap $1000/T \text{ (K}^{-1}\text{)}$ dengan T adalah T_β . T_β diperoleh dari puncak sebelum puncak tertinggi pada modulus hilang. Temperatur beta dari modulus hilang dengan variasi frekuensi pada komposisi silika 20%wt (SA-20) ditunjukkan pada Gambar 4.17 sedangkan untuk SA-40, SA-60 dan SA-80 dilampirkan.



Gambar 4.17 Modulus hilang dari SA-20

Slope antara $\ln(f \text{ in Hz})$ terhadap $1000/T_{\beta}$ (K^{-1}) ditampilkan pada Gambar 4.18 sedangkan nilai energi aktivasi transisi gerak molekul polimer disajikan dalam Tabel 4.5.



Gambar 4.18 Energi aktivasi T_β pada SA-20, SA-40, SA-60 dan SA-80.

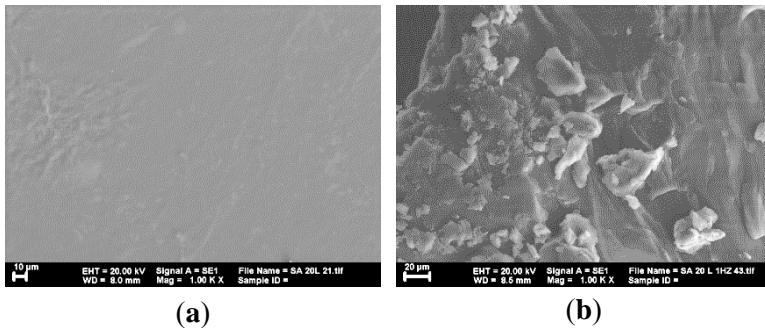
Tabel 4.5 Energi aktivasi transisi gerak molekul polimer berdasarkan T_β dari SA-20, SA-40, SA-60 dan SA-80

Komposisi SA (%wt)	E_a /mol (kJ/mol)
20	273
40	307
60	411
80	476

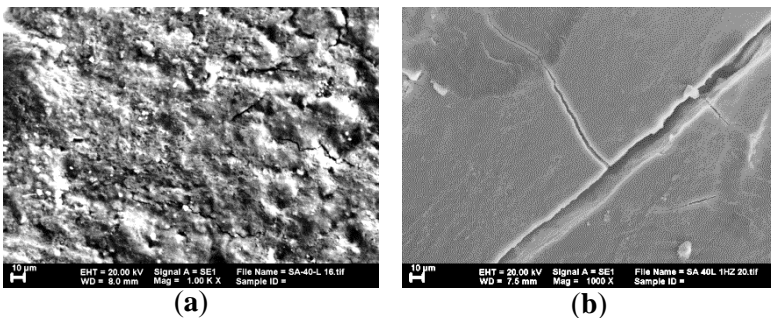
Energi yang dibutuhkan untuk membuat grup lokal rantai polimer mulai bergerak semakin tinggi dengan semakin tingginya

komposisi silika amorf dalam komposit. Semakin besar energi yang dibutuhkan tersebut disebabkan silika amorf mengurangi volume bebas dan mengurangi gerak osilasi lokal rantai polimer. Dengan volume bebas yang semakin menurun maka energi yang dibutuhkan semakin besar.

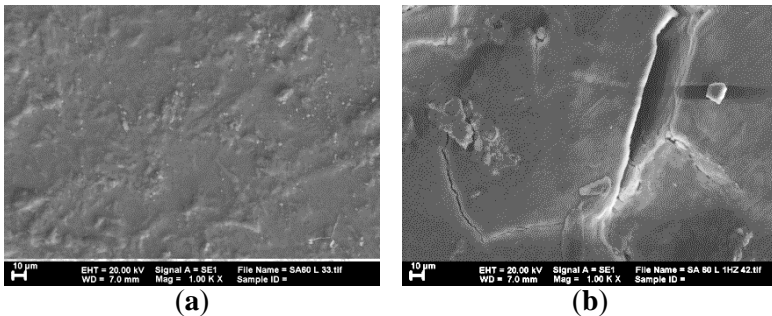
4.4 Mikrostruktur dari Komposit PEG4000/SiO₂ Amorf



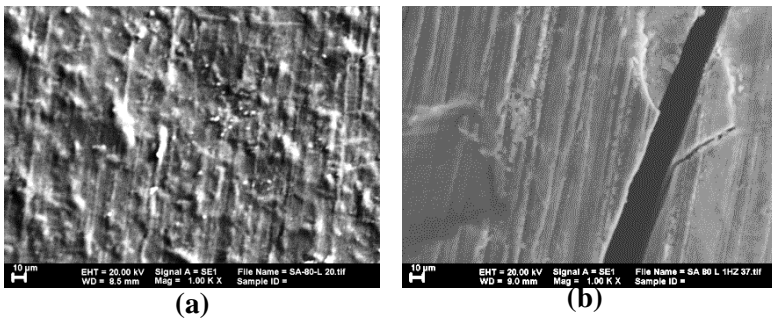
Gambar 4.19 Morfologi SA-20 saat (a) sebelum uji DMA, (b) setelah uji DMA



Gambar 4.20 Morfologi SA-40 saat (a) sebelum uji DMA, (b) setelah uji DMA



Gambar 4.21 Morfologi SA-60 saat (a) sebelum uji DMA, (b) setelah DMA



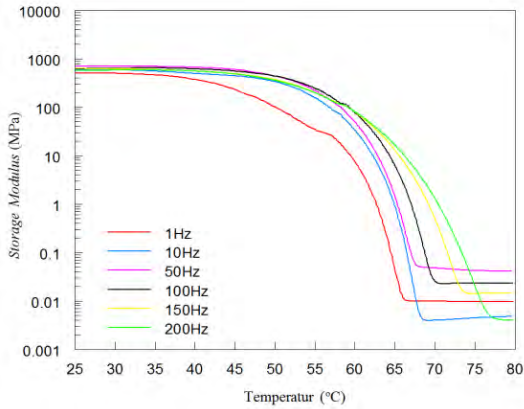
Gambar 4.22 Morfologi SA-80 saat (a) sebelum uji DMA, (b) setelah uji DMA

Morfologi komposit SA-20, SA-40, SA-60 dan SA-80 sebelum dan setelah DMA ditunjukkan pada Gambar 4.20-4.23. dari gambar tersebut diperoleh *crack* di hampir semua sampel kecuali SA-20 yang hampir tidak terlihat. Bila diperhatikan *crack* pada komposit SA-80 paling kemudian diikuti dengan *crack* yang lebih kecil berturut-turut SA-60 dan SA-40. Komposit dengan komposisi silika semakin besar menimbulkan *crack* yang lebih besar. Hal ini dikarenakan sifat silika amorf yang cenderung beraglomerasi sehingga semakin banyak komposisi silika amorf dalam komposit membuat beberapa daerah bersifat *brittle*/rapuh.

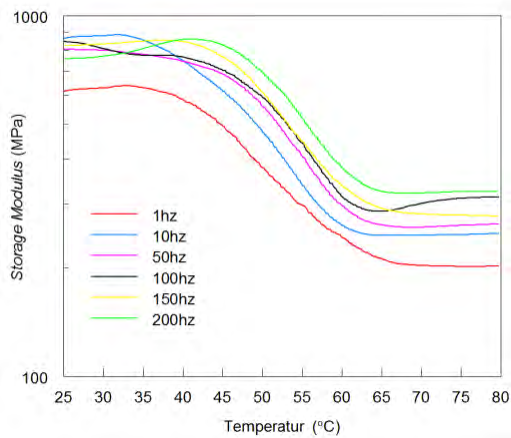
Komposisi PEG sebagai matrik dalam komposit juga sangat mempengaruhi adanya *crack* dalam sampel. Tugas matrik sebagai pengikat pengisi dalam komposit bertanggung jawab terhadap sifat *toughness* pada sampel. Matrik dengan komposisi yang cukup besar dalam komposit memungkinkan untuk berkurangnya *crack* seperti sampel dengan kandungan 80%wt PEG, SA-20, yang ditunjukkan pada Gambar 4.20. SA-20 sebelum uji DMA memperlihatkan permukaan yang lebih rata, ini mengindikasikan kandungan PEG yang cukup banyak seperti yang dikonfirmasi pada uji SEM/EDX (Gambar 4.7.b).

LAMPIRAN A

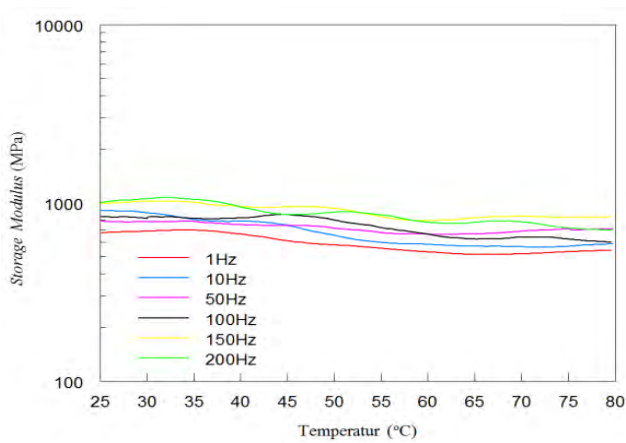
Modulus simpan G' (MPa)



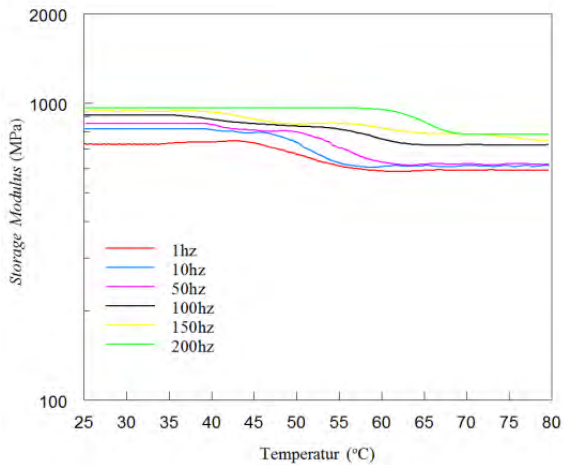
Gambar 1. Modulus simpan dari SA-20



Gambar 2. Modulus simpan dari SA-40



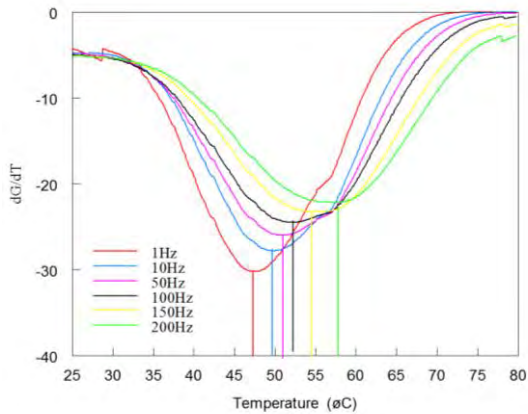
Gambar 3. Modulus simpan dari SA-60



Gambar 4. Modulus simpan dari SA-80

LAMPIRAN B

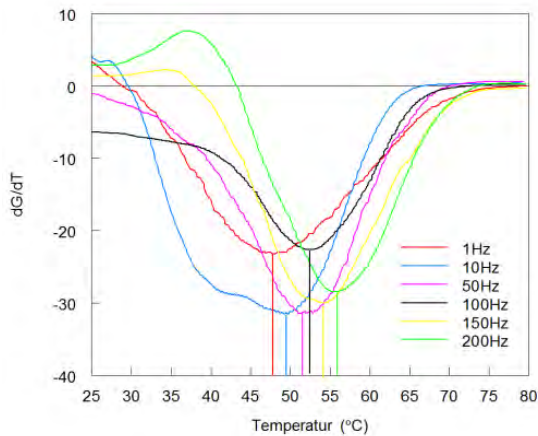
Temperatur Transisi Gelas (T_g)



Gambar 1. Temperatur transisi gelas (T_g) dari SA-20

Tabel 1. Temperatur transisi gelas (T_g) komposit SA-20 pada variasi frekuensi

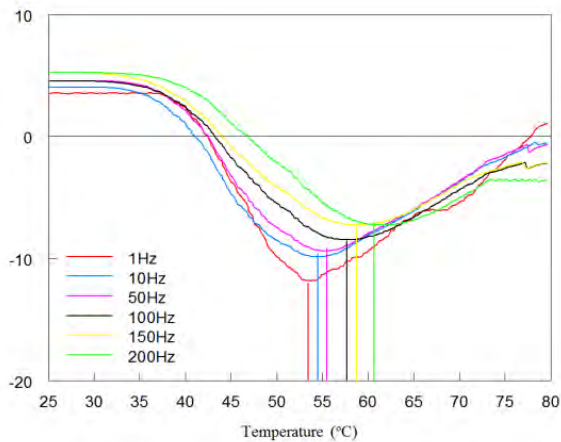
Frekuensi (Hz)	T_g (°C)
1	48
10	49
50	51
100	52
150	55
200	58



Gambar 2. Temperatur transisi gelas (T_g) dari SA-40

Tabel 2. Temperatur transisi gelas (T_g) komposit SA-40 pada variasi frekuensi

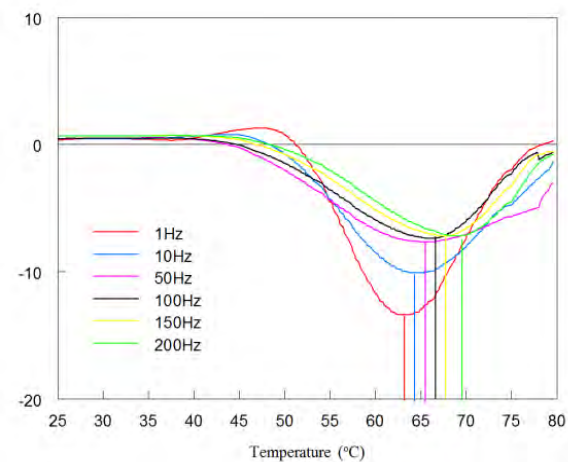
Frekuensi (Hz)	T_g (°C)
1	48
10	49
50	51
100	52
150	54
200	56



Gambar 3. Temperatur transisi gelas (T_g) dari SA-60

Tabel 3. Temperatur transisi gelas (T_g) komposit SA-60 pada variasi frekuensi

Frekuensi (Hz)	T_g (°C)
1	54
10	55
50	55
100	58
150	59
200	60



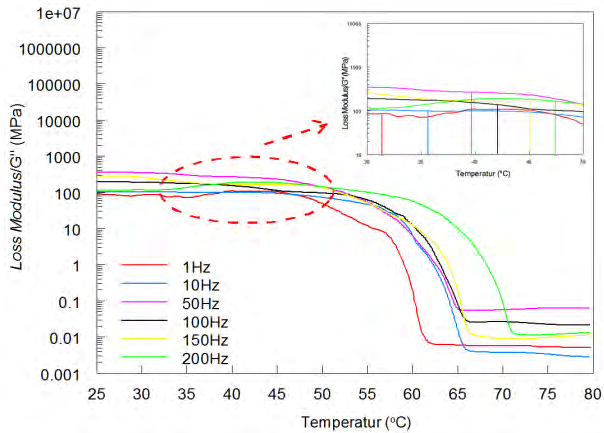
Gambar 4. Temperatur transisi gelas (T_g) dari SA-80

Tabel 4. Temperatur transisi gelas (T_g) komposit SA-80 pada variasi frekuensi

Frekuensi (Hz)	T_g (°C)
1	64
10	64
50	65
100	66
150	68
200	69

LAMPIRAN C

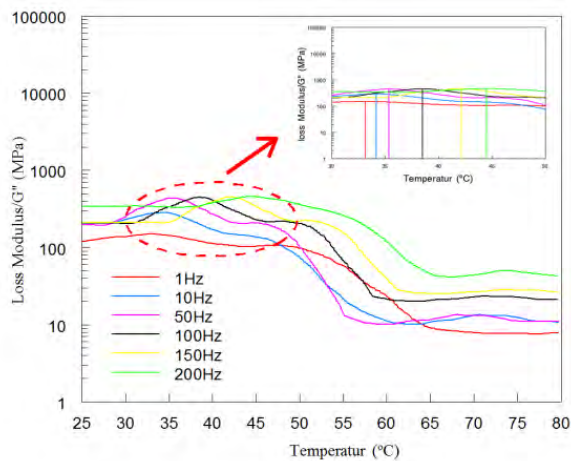
Modulus hilang/ G'' (MPa) dan T_β



Gambar 1. Modulus hilang dari SA-20

Tabel 5. Temperatur transisi beta (T_β) komposit SA-20 pada variasi frekuensi

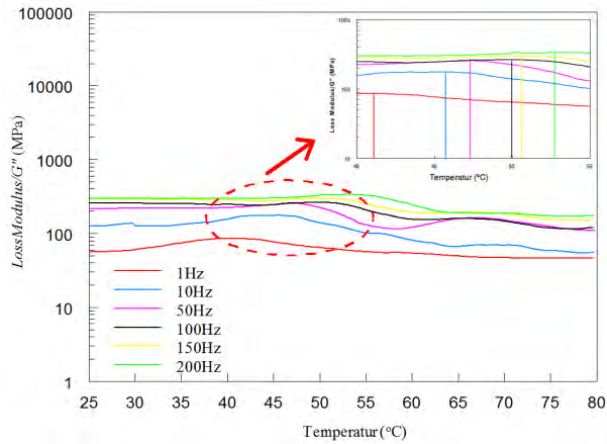
Frekuensi (Hz)	T_β (°C)
1	32
10	37
50	39
100	42
150	46
200	47



Gambar 1. Modulus hilang dari SA-40

Tabel 6. Temperatur transisi beta (T_{β}) komposit SA-40 pada pada variasi frekuensi

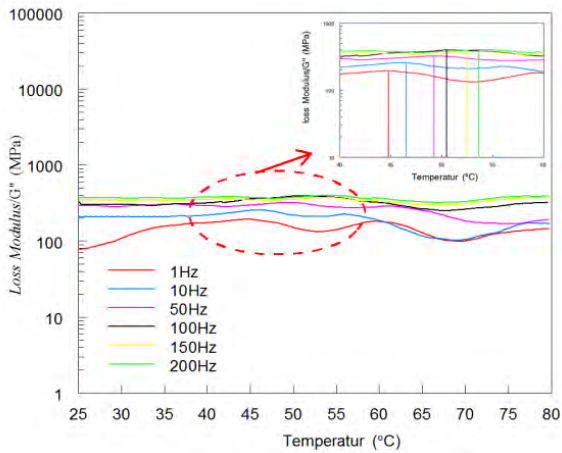
Frekuensi (Hz)	T_{β} (°C)
1	33
10	35
50	35
100	38
150	42
200	44



Gambar 3. Modulus hilang dari SA-60

Tabel 7. Temperatur transisi beta (T_β) komposit SA-60 pada variasi frekuensi

Frekuensi (Hz)	T_β (°C)
1	42
10	46
50	48
100	49
150	51
200	53



Gambar 4. Modulus hilang dari SA-80

Tabel 8.Temperatur T_{β} komposit SA-80 pada pada variasi frekuensi

Frekuensi (Hz)	T_{β} (°C)
1	45
10	46
50	49
100	50
150	53
200	54

BAB V

KESIMPULAN

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan dapat disimpulkan:

1. Sebaran SiO_2 amorf pada komposit PEG/ SiO_2 dengan komposisi 20 dan 40% yang dibuat dengan metode likuid relatif lebih homogen dibandingkan dengan metode solid tetapi tidak untuk komposit dengan komposisi pengisi lebih besar dari matrik (SA-60 dan SA-80)
2. Modulus simpan komposit PEG/ SiO_2 amorf bertambah seiring dengan meningkatnya komposisi pengisi komposit yang menunjukkan meningkatnya kekakuan sampel.
3. Pada komposit PEG/ SiO_2 amorf, nilai energi aktivasi T_g , energi aktivasi T_β dan temperatur transisi gelas meningkat seiring dengan naiknya komposisi silika amorf dalam komposit.

5.2 Saran

Dari hasil penulisan tugas akhir ini disarankan agar dilakukan pengujian menggunakan instrumen *Dynamic Mechanical Analyzer* (DMA) dengan mode yang lain.

DAFTAR PUSTAKA

- Baboo, M., Dixit, M., Sharma, K., Saxena, N.S., 2010. Activation energy and thermo-mechanical properties of trans-polyisoprene and liquid cis-polyisoprene blends. *Thermochim. Acta* 502, 47–50. doi:10.1016/j.tca.2010.02.004
- Capeillère, J., Toutant, A., Olalde, G., Boubault, A., 2014. Thermomechanical behavior of a plate ceramic solar receiver irradiated by concentrated sunlight. *Sol. Energy* 110, 174–187. doi:10.1016/j.solener.2014.08.039
- Catauro, M., Renella, R.A., Papale, F., Vecchio Cipriotti, S., 2016. Investigation of bioactivity, biocompatibility and thermal behavior of sol–gel silica glass containing a high PEG percentage. *Mater. Sci. Eng. C* 61, 51–55. doi:10.1016/j.msec.2015.11.077
- Colacino, E., Martinez, J., Lamaty, F., Patrikeeva, L.S., Khemchyan, L.L., Ananikov, V.P., Beletskaya, I.P., 2012. PEG as an alternative reaction medium in metal-mediated transformations. *Coord. Chem. Rev.* 256, 2893–2920.
- Fauziyah, N.A., 2015. Karakterisasi Komposit PEG 4000/SiO₂ (SiO₂= Kuarsa, Amorf, Kristobalit) Dengan Dynamic Mechanical Analyser (DMA). Institut Teknologi Sepuluh Nopember, Surabaya.
- Gao, X., Jiang, Z., Wei, D., Kosasih, B., 2015. Effect of thermomechanical treatment on sliding wear of high-Cr cast iron with large plastic deformation. *Tribol. Int.* 92, 117–125. doi:10.1016/j.triboint.2015.06.002
- Geethamma, V.G., Kalaprasad, G., Groeninckx, G., Thomas, S., 2005. Dynamic mechanical behavior of short coir fiber reinforced natural rubber composites. *Compos. Part Appl. Sci. Manuf.* 36, 1499–1506. doi:10.1016/j.compositesa.2005.03.004

- Gracia-Fernández, C.A., Gómez-Barreiro, S., López-Beceiro, J., Tarrío Saavedra, J., Naya, S., Artiaga, R., 2010. Comparative study of the dynamic glass transition temperature by DMA and TMDSC. *Polym. Test.* 29, 1002–1006. doi:10.1016/j.polymertesting.2010.09.005
- Harris, J.M., 1992. Introduction to Biotechnical and Biomedical Applications of Poly(Ethylene Glycol), in: Harris, J.M. (Ed.), *Poly(Ethylene Glycol) Chemistry, Topics in Applied Chemistry*. Springer US, pp. 1–14.
- Karaman, S., Karaipekli, A., Sarı, A., Biçer, A., 2011. Polyethylene glycol (PEG)/diatomite composite as a novel form-stable phase change material for thermal energy storage. *Sol. Energy Mater. Sol. Cells* 95, 1647–1653. doi:10.1016/j.solmat.2011.01.022
- Kostka, P., Holeczek, K., Höhne, R., Filippatos, A., Modler, N., 2016. Extension and application of dynamic mechanical analysis for the estimation of spatial distribution of material properties. *Polym. Test.* 52, 184–191. doi:10.1016/j.polymertesting.2016.04.019
- Lee, D.W., Yoo, B.R., 2016. Advanced silica/polymer composites: Materials and applications. *J. Ind. Eng. Chem.* 38, 1–12. doi:10.1016/j.jiec.2016.04.016
- Love, C.T., 2011. Thermomechanical analysis and durability of commercial micro-porous polymer Li-ion battery separators. *J. Power Sources* 196, 2905–2912. doi:10.1016/j.jpowsour.2010.10.083
- Mashuri, G.S., 2002. *Ilmu Bahan I*. ITS Press, Suarabaya.
- Menard, K.P., 2008. *Dynamic Mechanical Analysis: A Practical Introduction*, Second Edition. CRC Press.
- Meng, Q., Hu, J., 2008. A temperature-regulating fiber made of PEG-based smart copolymer. *Sol. Energy Mater. Sol. Cells* 92, 1245–1252. doi:10.1016/j.solmat.2008.04.027
- Padeste, C., Neuhaus, S., 2015. Chapter 1 - Functional Polymer Structures, in: *Polymer Micro- and Nanografting*, Micro

- and Nano Technologies. William Andrew Publishing, Oxford, pp. 1–10.
- Polu, A.R., Rhee, H.-W., 2015. Nanocomposite solid polymer electrolytes based on poly(ethylene oxide)/POSS-PEG ($n = 13.3$) hybrid nanoparticles for lithium ion batteries. *J. Ind. Eng. Chem.* 31, 323–329. doi:10.1016/j.jiec.2015.07.005
- Saba, N., Jawaid, M., Allothman, O.Y., Paridah, M.T., 2016a. A review on dynamic mechanical properties of natural fibre reinforced polymer composites. *Constr. Build. Mater.* 106, 149–159. doi:10.1016/j.conbuildmat.2015.12.075
- Saba, N., Jawaid, M., Allothman, O.Y., Paridah, M.T., 2016b. A review on dynamic mechanical properties of natural fibre reinforced polymer composites. *Constr. Build. Mater.* 106, 149–159.
- Sharma, R.K., Ganesan, P., Tyagi, V.V., Mahlia, T.M.I., 2016. Accelerated thermal cycle and chemical stability testing of polyethylene glycol (PEG) 6000 for solar thermal energy storage. *Sol. Energy Mater. Sol. Cells* 147, 235–239. doi:10.1016/j.solmat.2015.12.023
- Smallman, R.E., Bishop, R.J., n.d. *Metalurgi Fisika Modern & Rekayasa Material*, 6th ed. Erlangga.
- Smallman, Bishop, 2000. *Metalurgi Fisika Modern & Rekayasa Material*. Erlangga.
- Tang, B., Cui, J., Wang, Y., Jia, C., Zhang, S., 2013. Facile synthesis and performances of PEG/SiO₂ composite form-stable phase change materials. *Sol. Energy* 97, 484–492. doi:10.1016/j.solener.2013.08.021
- Widianto, M.E., n.d. *Kestabilan Sifat Fisik dan Fasa Komposit Keramik Berbasis Pasir Silika-MgO*.

BIODATA PENULIS



Allif Rosyidy Hilmi, lahir di Gresik pada 31 Mei 1994, merupakan anak pertama dari empat bersaudara pasangan Moh. Hilmi dan Ulfiyatin. Penulis telah menempuh pendidikan formal di TK Bustanul Athfal, SD Muhammadiyah Sidayu Gresik, SMP Negeri 1 Sidayu, SMA Negeri 1 Sidayu. Di jurusan Fisika ITS, penulis terdaftar menjadi angkatan 2012 Fisika dengan NRP 1112100047 dan mengambil bidang minat material. Selama menjadi S1 Fisika ITS, penulis pernah menjadi asisten Laboratorium Fisika Modern dan Gelombang Fisika ITS (2014-2016), asisten dosen matakuliah Fisika dasar 1 dan 2 (2013/2014). Akhir kata, apabila ada kritik dan saran dapat dikirim ke allif.hilmi@gmail.com.

BIODATA PENULIS



Allif Rosyidy Hilmi, lahir di Gresik pada 31 Mei 1994, merupakan anak pertama dari empat bersaudara pasangan Moh. Hilmi dan Ulfiyatin. Penulis telah menempuh pendidikan formal di TK Bustanul Athfal, SD Muhammadiyah Sidayu Gresik, SMP Negeri 1 Sidayu, SMA Negeri 1 Sidayu. Di jurusan Fisika ITS, penulis terdaftar menjadi angkatan 2012 Fisika dengan NRP 1112100047 dan mengambil bidang minat material. Selama menjadi S1 Fisika ITS, penulis pernah menjadi asisten Laboratorium Fisika Modern dan Gelombang Fisika ITS (2014-2016), asisten dosen matakuliah Fisika dasar 1 dan 2 (2013/2014). Akhir kata, apabila ada kritik dan saran dapat dikirim ke allif.hilmi@gmail.com.

“Halaman ini sengaja dikosongkan”